



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR- TL 141584

**ANALISA PENGARUH TEMPERATUR
HIDROTERMAL TERHADAP PEMBENTUKAN
NANOPARTIKEL SILIKA MESOPORI BERBAHAN
DASAR SEKAM PADI**

SITI ANNISAA BANI PURWANA
NRP. 2713 100 013

Dosen Pembimbing
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2017



TUGAS AKHIR - TL141584

ANALISA PENGARUH TEMPERATUR HIDROTERMAL TERHADAP PEMBENTUKAN NANOPARTIKEL SILIKA MESOPORI BERBAHAN DASAR SEKAM PADI

**SITI ANNISAA BANI PURWANA
NRP 2713 100 013**

**Dosen Pembimbing :
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2017**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL141584

ANALYSIS OF HYDROTHERMAL TEMPERATURE EFFECT ON MESOPOROUS SILICA NANOPARTICLE FORMATION FROM RICE HUSK

**SITI ANNISAA BANI PURWANA
NRP 2713 100 013**

Advisor :

Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

**Department of Materials Engineering
Faculty Of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya
2017**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LEMBAR PENGESAHAN

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Teknik

Pada

Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

SITI ANNISAA BANI PURWANA

NRP 2713 100 013

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. (Pembimbing I)

Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T. (Pembimbing II)



(halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALISA PENGARUH TEMPERATUR HIDROTERMAL TERHADAP PEMBENTUKAN NANOPARTIKEL SILIKA MESOPORI BERBAHAN DASAR SEKAM PADI

Nama Mahasiswa : Siti Annisaa Bani Purwana
NRP : 2713100013
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing : Hariyati P, S.Si., M.Si.
Co-Pembimbing : Vania Mitha P, S.T., M.T.

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari metode ekstraksi silika dari sekam padi (rice husk), karakteristik mesoporous silika hasil proses sol gel dan surfaktan templating dari sekam padi (rice husk) serta pengaruh temperatur hidrotermal terhadap pembentukan mesoporous silika nanopartikel (MSNp). Pada penelitian ini sekam padi (rice husk) diekstrak dengan metode sol-gel yang kemudian diikuti dengan perlakuan hidrotermal dengan variasi temperatur 85°C, 100 °C, 115°C, 130°C dan 145°C dalam waktu 24 jam. Hasil XRD MSNp menunjukkan adanya fasa α -SiO₂ serta impuritas senyawa NaCl. Didapatkan pula ukuran kristal yang berkisar antara 6,27 hingga 40,3 nm. Hasil FTIR ekstraksi silika dan MSNp menunjukkan bahwa adanya ikatan Si-O-Si pada sampel. Hasil SEM menunjukkan morfologi sampel yang berbentuk partikel bulat yang memiliki ukuran seragam dan morfologi permukaan yang halus. Dari hasil TEM didapatkan ukuran partikel yang berkisar antara 69,69 nm hingga 84,42 nm. Hasil BET menunjukkan bahwa ukuran pori sampel termasuk dalam klasifikasi mesopori dengan diameter pori sebesar 19,29 nm.

Kata kunci : sekam padi, silika mesopori, sol-gel, hidrotermal

(halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALYSIS OF HYDROTHERMAL TEMPERATURE EFFECT ON MESOPOROUS SILICA NANOPARTICLE FORMATION FROM RICE HUSK

Name : Siti Annisaa Bani Purwana
NRP : 2713100013
Departement : Materials Engineering
Advisor : Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.
Co-Advisor : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

Abstract

This research's aim are to study the silica extraction from rice husk method, characterizing mesoporous silica from sol-gel method and surfactant templating from rice husk and the effect of hydrothermal temperature on mesoporous silica nanoparticle (MSNp) formation. In this research, rice husk was extracted with sol-gel method and was followed by hydrothermal treatment, where variable of temperature used were 85°C, 100 °C, 115 °C, 130 °C and 145 ° within 24 hours. XRD result indicated the presence of α -SiO₂ phase and NaCl compound impurities. The result also showed crystal size, ranged between 6,27-40,3 nm. FTIR results of silica from extraction and MSNp indicated Si-O-Si bonds on the sample. SEM result showed the morphology of the sample that have spherical shape and smooth surface. TEM result showed particle size ranged between 69,69-84,42 nm. BETt showed that the pore size classified as mesopores with pore diameter size is 19,29 nm.

Keywords : *rice husk, mesoporous silica, sol-gel, hydrothermal*

(halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji Syukur alhamdulillah dipanjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikan kekuatan, kemudahan, dan kelancaran selama pengerjaan Tugas Akhir ini sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir dengan judul:

“Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Pembentukan Nanopartikel Silika Mesopori Berbahan Dasar Sekam Padi”

Penulis menyadari dalam penyusunan Laporan Tugas Akhir ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Ayah, ibu, adik dan seluruh keluarga yang telah mendukung penuh selama pengerjaan Tugas Akhir ini.
2. Bu Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si. sebagai pembimbing pertama yang telah membimbing dan memberikan saran hingga pengerjaan laporan ini selesai.
3. Bu Vania Mitha Pratiwi S.T., M.T. sebagai co-pembimbing yang banyak memberikan saran selama proses.
4. Bapak Wikan Jatimurti, S.T., M.T. selaku dosen wali.
5. Bapak Dr. Ir. Agung Purniawan S.T., M.Sc. selaku ketua jurusan Departemen Teknik Material FTI-ITS
6. Bapak/Ibu dosen penguji
7. Serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah banyak membantu dalam proses pengerjaan laporan Tugas Akhir ini.

Laporan ini masih sangat jauh dari sempurna. Oleh karena itu, sangat diperlukan kritik dan saran yang dapat menyempurnakan laporan untuk ke depannya.

Penulis

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

| | |
|---|--------------|
| HALAMAN JUDUL..... | i |
| LEMBAR PENGESAHAN..... | v |
| ABSTRAK | vii |
| ABSTRACT | ix |
| KATA PENGANTAR | xi |
| DAFTAR ISI..... | xiii |
| DAFTAR GAMBAR..... | xv |
| DAFTAR TABEL..... | xviii |
| BAB I PENDAHULUAN | |
| 1.1. Latar Belakang | 1 |
| 1.2. Rumusan Masalah..... | 2 |
| 1.3. Batasan Masalah | 3 |
| 1.4. Tujuan..... | 3 |
| 1.5. Manfaat | 3 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1. <i>Rice Husk</i> (Sekam Padi) | 5 |
| 2.2. Silika..... | 5 |
| 2.3. Material Mesopori | 7 |
| 2.4. Surfaktan | 8 |
| 2.5. Mekanisme Pembentukan Silika Mesopori | 11 |
| 2.6. Sol-Gel | 12 |
| 2.7. Hidrotermal | 13 |
| 2.8. <i>State of The Art</i> (Penelitian Terdahulu) | 17 |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | |
| 3.1. Diagram Alir | 25 |
| 3.2. Bahan Penelitian | 30 |
| 3.3. Alat-Alat Penelitian | 30 |
| 3.4. Prosedur Penelitian | 35 |
| BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN | |
| 4.1. Analisa Hasil XRD | 49 |
| 4.2. Analisa Hasil FTIR | 55 |
| 4.3. Analisa Hasil SEM | 61 |
| 4.4. Analisa Hasil TEM | 62 |

| | |
|------------------------------|--------------|
| 4.5. Analisa Hasil BET | 63 |
| BAB V KESIMPULAN | |
| 5.1. Kesimpulan | 67 |
| 5.2. Saran | 67 |
| DAFTAR PUSTAKA | xix |
| LAMPIRAN | 67 |
| BIODATA PENULIS | xxiii |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|--------------|--|----|
| Gambar 2.1. | Struktur pori yang berbeda pada material mesopori | 7 |
| Gambar 2.2. | Skema dasar surfaktan | 9 |
| Gambar 2.3. | Klasifikasi surfaktan berdasarkan muatan | 10 |
| Gambar 2.4. | Skema pembentukan material MCM-41 | 11 |
| Gambar 2.5. | Perilaku tekanan-temperatur <i>autoclave</i> yang terisi sejumlah air | 14 |
| Gambar 2.6. | Grafik peningkatan densitas air dalam <i>autoclave</i> terhadap temperatur | 15 |
| Gambar 2.7. | Perbandingan presentase isi terhadap Temperatur | 16 |
| Gambar 2.8. | Pola XRD dari silika yang diekstraksi dari abu sekam padi yang dihasilkan dari <i>acid leaching</i> | 18 |
| Gambar 2.9. | Hasil SEM dari silika yang diekstraksi dari abu sekam padi | 18 |
| Gambar 2.10. | Pola XRD SDS_MCM-41 dan RHA_MCM-41 | 19 |
| Gambar 2.11. | Hasil SEM dari: (a) RHA_MCM-41 (x20.000) dan (b) SDS_MCM-41 (x15.000) | 20 |
| Gambar 2.12. | Nitrogen adsorpsi dan desorpsi serta distribusi pori dari RHA_MCM-41 | 20 |
| Gambar 2.13. | Pola XRD silika MCM-41 yang dihasilkan dari Temperatur yang berbeda | 22 |
| Gambar 2.14. | SEM mikrografik untuk MCM-41 yang disintesis pada perbandingan rasio molar CTAB/SiO ₂ yang berbeda: (a) 0,71 dan (b) 0,53 | 22 |
| Gambar 2.15. | Mikrografik TEM MCM-41 yang disintesis dengan kondisi reaksi yang berbeda: (a) 80°C dan (b) 90°C | 24 |
| Gambar 2.16. | Hasil TEM dari MCM-41 dari beberapa siklus (a) M-1, (b) M-2 dan (c) M-3 | 24 |
| Gambar 3.1. | Diagram alir proses ekstraksi | 27 |

| | | |
|--------------|---|----|
| Gambar 3.2. | Diagram alir pembuatan silika mesopori..... | 29 |
| Gambar 3.3. | Timbangan digital..... | 30 |
| Gambar 3.4. | Spatula..... | 31 |
| Gambar 3.5. | <i>Crusible</i> | 31 |
| Gambar 3.6. | <i>Furnace</i> | 32 |
| Gambar 3.7. | Kertas Saring..... | 32 |
| Gambar 3.8. | Gelas ukur..... | 33 |
| Gambar 3.9. | Buret..... | 33 |
| Gambar 3.10. | <i>Hot plate magnetic stirrer</i> | 34 |
| Gambar 3.11. | Alat <i>centrifuge</i> | 34 |
| Gambar 3.12. | <i>Autoclave</i> | 35 |
| Gambar 3.13. | pH meter..... | 35 |
| Gambar 3.14. | Abu sekam padi..... | 36 |
| Gambar 3.15. | Serbuk SiO ₂ | 37 |
| Gambar 3.16. | Gel yang terbentuk setelah penambahan larutan HCl..... | 37 |
| Gambar 3.17. | Alat XRD PANanalytical tipe X'Pert ³ Powder..... | 39 |
| Gambar 3.18. | Skema alat uji XRD..... | 40 |
| Gambar 3.19. | Mesin SEM –EDAX FEI tipe Inspect S-50..... | 41 |
| Gambar 3.20. | Skema alat uji SEM..... | 42 |
| Gambar 3.21. | Skema alat uji FTIR..... | 44 |
| Gambar 3.22. | TEM merek JEOL tipe JEM 1400..... | 44 |
| Gambar 3.23. | Struktur dari TEM..... | 45 |
| Gambar 3.24. | BET merek Quantachrome tipe Nova 2200e.... | 46 |
| Gambar 4.1. | Hasil XRD dari sampel (A) sekam padi sebelum dibakar (B) sekam setelah leaching HCl dan kalsinasi 600°C (C) SiO ₂ hasil ekstraksi..... | 49 |
| Gambar 4.2. | Difraktogram dari sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C..... | 52 |
| Gambar 4.3. | Grafik pengaruh variasi temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal nanopartikel silika mesopori..... | 54 |

| | | |
|--------------|--|----|
| Gambar 4.4. | Hasil uji FTIR (A) sekam padi (B) abu sekam padi dan (C) silika hasil ekstraksi..... | 56 |
| Gambar 4.5. | Hasil uji FTIR nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C..... | 57 |
| Gambar 4.6. | Hasil uji FTIR (A) Nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C (B) CTAB..... | 59 |
| Gambar 4.7. | Hasil uji SEM dari sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C | 61 |
| Gambar 4.8. | Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C. | 62 |
| Gambar 4.9. | Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur (A) 130°C, (B) 145°C | 63 |
| Gambar 4.10. | Grafik pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran partikel nanopartikel silika mesopori | 64 |
| Gambar 4.11. | Kurva adsorpsi-desorpsi nitrogen sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C | 65 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 2.1. Sifat Porositas dari Silika yang Diekstraksi Dibandingkan dengan RHA_MCM-41 dan SDS_MCM-41..... | 21 |
| Tabel 4.1. Komposisi Unsur Hasil Pengujian EDX dari Sekam Padi dan Abu Sekam Padi | 51 |
| Tabel 4.2. Ukuran Kristal Nanopartikel Silika Mesopori..... | 54 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Teknologi nano pada saat ini sangat berpotensi untuk menjadi kunci bagi teknologi masa depan. Tentunya riset mengenai material nano merupakan salah satu hal penting dalam perkembangan teknologi nano. Material mesopori merupakan salah satu jenis material nano yang saat ini banyak dikembangkan. Sejak berhasilnya sintesis material silika mesopori MCM-41 pada tahun 1992 membuat minat peneliti untuk melakukan riset terhadap material mesopori semakin meningkat.

Kata meso mengacu pada rentang spesifik dari ukuran diameter pori yakni 2 hingga 50 nm. Material dengan *mesostructure* ini terbuat dari amorfus silika, dan telah ditemukan pada awal tahun 1990. Sejak saat itulah ketertarikan terhadap material baru tersebut meningkat. Material ini dapat diaplikasikan ada berbagai bidang seperti : penukar ion, separasi, katalis, sensor, template untuk *carbon nanotube*, sistem pengiriman obat (*drug delivery system*) dalam bidang kedokteran, dan pemurnian material. Karena luas permukaannya yang sangat tinggi dibandingkan material pori konvensional maka material nanopori memiliki kemampuan yang sangat baik untuk mengadsorpsi dan berinteraksi dengan atom, ion dan molekul pada permukaan luarnya.

Pembuatan silika mesopori memiliki biaya produksi yang tinggi. Telah banyak peneliti yang mencoba untuk mengurangi biaya sintesis silika mesopori dengan mengganti sumber silika. Metta et. al telah berhasil mensintesis silika mesopori dengan sodium silikat dari sekam padi. Sodium silikat di preparasi dengan mereaksikan NaOH dan silika yang ada pada sekam padi. (Prawingwong, 2011). Suyanta et.al berhasil mensintesis *Mobil Composition of Matter* No. 41 (MCM-41) dari sekam padi. Silika diekstraksi dengan HCl, kemudian di filtrasi, dicuci, dikeringkan



dan dikalsinasi. Kemudian *rice husk silica* dilarutkan dengan NaOH dan menghasilkan larutan Na_2SiO_3 . Hasil proses tersebut kemudian dicampur dengan air, H_2SO_4 serta CTMAB (*cetyltrimethyl ammonium bromide*) dan dilakukan proses hidrotermal. Fase solid di filtrasi, dicuci, dikeringkan dan dikalsinasi. (Suryanta, 2011) Hui et. al berhasil mensintesis MCM-41 dari silika yang bersumber dari abu sekam padi. Abu sekam padi dicampur dengan larutan NaOH dan di aduk selama semalam. CTAB dilarutkan dalam air dan di aduk selama satu jam. Kemudian semua bahan dicampur dan pH disesuaikan dengan penambahan HCl. Campuran kemudian diberikan perlakuan hidrotermal pada oven dengan temperatur 100°C selama 1 jam, kemudian dikeringkan dan dikalsinasi. (Hui, 2010)

Aplikasi potensial dari material mesopori diukur berdasarkan sifat permukaan seperti luas permukaan pori, diameter pori dan volume permukaan pori. Material mesopori yang baik ditandai dengan tingginya luas permukaan pori, diameter pori, dan volume permukaan pori dan juga sifat mekanik serta stabilitas kimia, tekanan dan termal yang baik. Hal tersebut dipengaruhi oleh tingkat kristalinitas pada material mesopori tersebut. (Alfaruqi, 2008)

Berbagai metodologi yang berbeda dapat dilakukan untuk memodifikasi struktur dari silika mesopori dengan cara mengubah variabel proses. Pada penelitian ini dilakukan dengan mengubah variabel proses yakni temperatur reaksi hidrotermal dengan tujuan mendapatkan silika mesopori dengan struktur yang baik.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang di atas, dapat diambil rumusan masalah dalam Tugas Akhir ini, yaitu:

1. Bagaimana karakteristik silika mesopori hasil proses sol gel dan surfaktan *templating* dari sekam padi (*rice husk*)?
2. Bagaimana pengaruh temperatur hidrotermal terhadap pembentukan silika mesopori?



1.3. Batasan Masalah

Untuk menganalisis masalah dalam penelitian ini, terdapat batasan masalah sebagai berikut:

1. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh
2. Fluktuasi panas dalam *furnace* dianggap tidak berpengaruh

1.4. Tujuan

Dari rumusan masalah yang ada, maka tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menganalisis karakteristik silika mesopori hasil proses sol gel dan surfaktan *templating* dari sekam padi (*rice husk*)
2. Menganalisis pengaruh temperatur hidrotermal terhadap pembentukan silika mesopori.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam aplikasi bidang nano material yakni *drug release* dan *biosensing*.



(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Rice Husk (Sekam Padi)

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris termasuk Indonesia. Penggilingan padi menghasilkan 72% beras, 5-8% dedak, dan 20-22% sekam (Warsito dkk, 2006). Sekam padi merupakan lapisan keras yang membungkus kariopsis butir gabah, terdiri atas dua belahan yang disebut lemma dan palea yang saling bertautan (Umah, 2010). Sekam padi terdiri atas 34-44% selulosa, 23-30% lignin, 13-39% abu, dan 8-15% air. Abu sekam padi umumnya mengandung silika (SiO_2) sebesar 86,90-97,30% dan sejumlah kecil alkali dan logam pengotor. Komponen kimia yang terdapat pada abu sekam padi antara lain K_2O 0,58-2,50%; Na_2O 0,00-1,75%; CaO 0,20-1,50%; MgO 0,12-1,96%; Cl ~0,42%; Fe_2O_3 ~0,54%; SO_3 0,1-1,13%; P_2O_5 0,2-2,85%; dan SiO_2 86,90- 97,30% (Umah, 2010).

Sekam padi dimanfaatkan sebagai sumber silika karena kandungan silika yang tinggi (86,90- 97,30%), murah, ketersediaannya melimpah, dan tidak beracun. Silika yang berasal dari sekam padi bersifat amorf sehingga untuk peleburan abu sekam padi tidak memerlukan waktu yang lama dan temperatur yang tinggi (Sriyanti dkk, 2005). Silika dari sekam padi dapat dimanfaatkan menjadi sumber silika dalam pembuatan berbagai material berbasah dasar silika. Sintesis silika dari sekam padi dilakukan untuk memperbaiki sifat dan mensubstitusi silika yang berasal dari alam. (Trivana, 2015)

2.2. Silika

Silika adalah salah satu zat hara yang dibutuhkan oleh tanaman, terutama tanaman padi. Unsur Si (silikon) merupakan pendukung untuk pertumbuhan padi yang sehat dan menghindarkan tanaman dari serangan penyakit, radiasi matahari, serta keracunan unsur hara. Selain itu, Silika merupakan unsur kedua terbesar di kerak bumi setelah oksigen dan sebagian



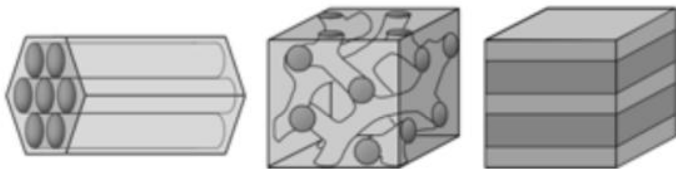
besar Si terdapat di dalam tanah. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa jaringan pekarangan tanah mengandung Si. (Errahmah, 2016)

Sekam padi merupakan salah satu limbah dari usaha pertanian. Sekam padi memiliki 20% abu yang dapat diekstraksi menjadi silika amorf (Ghosh & Bhattacharjee, 2013). Aplikasi dari silika pun beragam, sebagai filler, katalis, maupun untuk pembentukan senyawa silikon lainnya. Ekstraksi silika dari abu sekam padi dapat dengan metode penambahan NaOH kemudian dititrasi dengan HCl (Patil dkk, 2014). Sekam padi dipanaskan dalam muffle furnace dengan temperatur 700°C selama 6 jam. 10 gram dari sekam tersebut ditambah dengan 60 ml NaOH 1 N mendidih kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama satu jam. Hasil tersebut disaring, filtrat dititrasi dengan HCl 1 N hingga pH 7. Gel silika akan terbentuk ketika pH <10 . Setelah mencapai pH 7, gel silika dibiarkan atau *aging* selama 18 jam.

Silika merupakan material yang sudah lama ada, yang memiliki aplikasi yang luas. Pengembangan dari *nanotechnology* lanjut memperluas penggunaan dari material ini. Silica dapat dengan mudah difabrikasi menjadi *monodisperse spheres*, *nanorods*, struktur berongga dan material mesostruktur. Silika juga sangat terkenal akan keunikannya untuk digunakan sebagai pelapis dan material tambahan untuk membentuk material *hybrid*. Silika tersebut dan silika berbasis material *hybrid* telah ditemukan juga aplikasinya dalam katalisis, *drug delivery*, separasi, reaktor nano, dan lain-lain. Selain itu, material silika juga dikenal sebagai *sacrificing template* pada fabrikasi material lain yang menguntungkan, contohnya karbon, logam dan oksida mesostruktur yang berongga. Karena fleksibilitas silika, mengembangkan fungsional silika yang berkaitan dengan material mikro/nano telah meningkatkan minat dalam beberapa tahun terakhir ini. (Qiyu Yu, 2012)

2.3. Material Mesopori

Material mesopori adalah material dengan pori yang berukuran 2-50 nm menurut klasifikasi IUPAC, yakni *micropores* memiliki diameter < 2 nm, *mesopores* memiliki diameter diantara 2 – 50 nm dan *macropores* memiliki diameter > 50 nm (Sing, 1985). Pori tersebut dapat memiliki bentuk yang berbeda seperti *spherical* atau silindrikal dan dapat tersusun dalam struktur yang bervariasi. Gambar 2.1. menunjukkan bahwa beberapa struktur memiliki pori yang lebih besar dari 50 nm pada satu dimensi. Dua struktur pertama pada gambar memiliki lebar pori yang masih termasuk dalam rentang *mesopore* dan material masih dianggap mesopori.



Gambar 2.1. Struktur pori yang berbeda pada material mesopori (Johansson, 2010)

Material mesopori dapat memiliki rentang yang luas dalam komposisinya, tetapi utamanya mengandung oksida seperti SiO_2 , TiO_2 , ZnO_2 , Fe_2O_3 atau kombinasi dari oksida logam, tetapi mesopori karbon juga bisa disintesis. Yang paling umum digunakan adalah larutan *micellar* dan menumbuhkan dinding oksida disekitar *micell*. Prekursor metal organik seperti akoxide maupun garam inorganik seperti metal klorida dapat digunakan. Secara alternatif, template mesopori dapat digunakan untuk menumbuhkan tipe lain dari material mesopori di dalamnya. Ini juga sering digunakan untuk sintesis, contohnya karbon mesopori. (Johansson, 2010). Material mesopori disintesa dengan menggunakan surfaktan, dan membentuk susunan yang teratur,



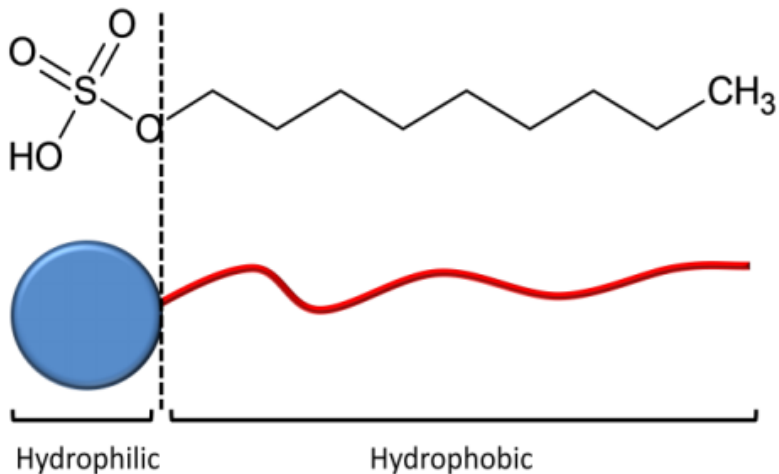
yang digunakan sebagai template dari oksida logam, yang kemudian diikuti dengan penghilangan template.

2.4. Surfaktan

Surfaktan merupakan hal yang penting dalam sintesis, karena akan menentukan ukuran dari pori yang terbentuk dan variasi luas dari surfaktan dapat digunakan.

Surfaktan utama yang digunakan pada mesopori adalah *non-ionic block copolymer*. Keuntungan menggunakan *block copolymer* adalah kestabilannya terhadap waktu penyusunan dengan memvariasikan komposisi pelarut, berat molekular maupun komposisi *copolymer*. Ukuran dari pori juga dapat diatur dengan menggunakan temperatur yang berbeda selama sintesis, dimana temperatur yang lebih tinggi menghasilkan pori yang lebih besar.

Surface active agents yang dikenal juga sebagai surfaktan merupakan molekul yang memiliki kecenderungan untuk mengabsorpsi pada permukaan dan *interface*. Memiliki dual struktur kimia, satu bagian dari molekul merupakan hidrofilik dan satu bagian lainnya hidrofobik. Surfaktan dengan karakter *amphiphilic* mengabsorpsi pada antarmuka untuk mengurangi energi bebas dari batas fasa. Pada gambar berikut dapat dilihat struktur dari surfaktan. Gambar 2.2. menjelaskan secara sederhana surfaktan dilambangkan dengan kepala dan ekor. Kepala melambangkan gugus hidrofilik yang dapat terdiri dari ion logam atau senyawa logam sedangkan ekor melambangkan gugus hidrofobik berupa rantai hidrokarbon. Dengan adanya dua gugus yang berbeda ini, maka surfaktan dapat menghubungkan dua zat yang berbeda sifat. (Alfaruqi, 2008)



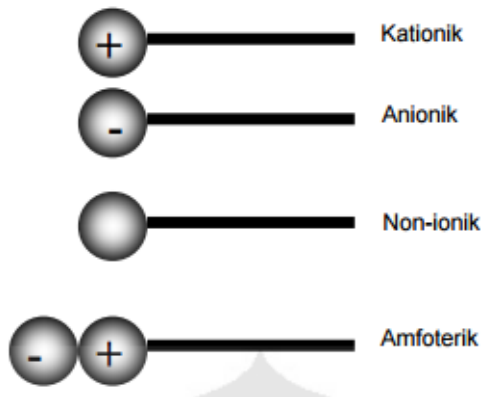
Gambar 2.2. Skema dasar surfaktan (Alfaruqi, 2008)

Klasifikasi surfaktan berdasarkan muatannya dibagi menjadi empat golongan yaitu:

- 1) Surfactan anionik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu anion. Contohnya adalah garam alkana sulfonat, garam olefin sulfonat, garam sulfonat asam lemak rantai panjang.
- 2) Surfactan kationik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu kation. Contohnya adalah garam alkil trimetil ammonium, garam dialkil-dimethyl ammonium dan garam alkil dimethyl benzil ammonium.
- 3) Surfactan nonionik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya tidak bermuatan. Contohnya ester gliserin asam lemak, ester sorbitan asam lemak, ester sukrosa asam lemak, polietilena alkil amina, glukamina, alkil poliglukosida, mono alkanol amina, dialkanol amina dan alkil amina oksida.
- 4) Surfactan amfoter yaitu surfaktan yang bagian alkilnya mempunyai muatan positif dan negatif. Contohnya



surfaktan yang mengandung asam amino, betain, fosfobetain.



Gambar 2.3. Klasifikasi surfaktan berdasarkan muatan (Alfaruqi, 2008)

Gambar 2.3. menunjukkan klasifikasi surfaktan berdasarkan muatan. Surfaktan terdapat pada tiga bentuk, beberapa terlarut dalam air sebagai molekul tunggal, dan yang lainnya pada antarmuka air dan udara serta mereka dapat berada di antarmuka air dan padatan penerima. Walaupun surfaktan dalam jumlah sedikit dalam larutan, pengaruhnya sangat besar terhadap sistem tersebut misalnya terjadi pada tegangan permukaan, kelarutan dan tekanan osmosis. Hal ini dikarenakan kemampuan adsorpsi permukaan dan pembentukan misel-misel dalam larutan.

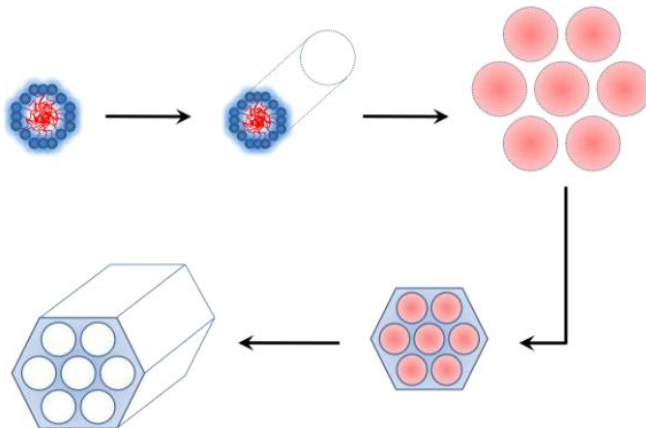
Gugus hidrofilik berinteraksi atau bersenyawa dengan medium yang mengandung air dan pada suatu konsentrasi tertentu akan mulai membentuk misel. Konsentrasi saat terbentuknya misel disebut juga sebagai *Critical Micell Concentration* (CMC). Pada CMC, jumlah agregat menentukan sifat kelarutan surfaktan karena CMC menyatakan konsentrasi terbentuknya misel. Jumlah agregasi menyatakan jumlah molekul-molekul surfaktan yang



membentuk misel mula-mula, pertumbuhan misel dan pemisahan fasa dari larutan surfaktan.

2.5. Mekanisme Pembentukan Silika Mesopori

Gambar 2.4. merupakan mekanisme yang dilakukan, dimana silika tersusun di dalam template kristal *liquid*, yang dibuat dengan *hexadecyltrimethylammonium bromide* (CTAB). (Kresge, 1992). Pada awalnya, surfaktan kationik digunakan untuk membuat material ini. Dengan memvariasikan kondisi sintesis, kita dapat memperoleh dua jenis yang berbeda dari struktur internal : struktur heksagonal dua dimensional ($p6mm$) yang dikenal sebagai *Mobil Composition of Matter* No. 41 (MCM-41), (Beck, 1992) struktur kubik tridimensional ($Im\bar{3}d$) yang dikenal sebagai (*Mobil Composition of Matter* No. 41) MCM-48. Ketika kita mendapatkan struktur heksagonal dua dimensional, tetapi tidak menggunakan kationik surfaktan melainkan menggunakan *tribloc copolymers* seperti Pluronic P123, material tersebut disebut sebagai *Santa Barbara Amorphous type material* (SBA-15). (Zhao, 1998)



Gambar 2.4 Skema pembentukan material MCM-41 (Barrabino, 2011)



2.6. Sol-Gel

Sol gel merupakan salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid sedangkan gel merupakan padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa organik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel). Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan antara lain :

1. Tingkat stabilitas termal yang baik.
2. Luas permukaan BET (Brunauer, Emmet, dan Teller) yang tinggi.
3. Stabilitas mekanik yang tinggi.
4. Daya tahan pelarut yang baik.
5. Modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan.

Proses sol-gel telah banyak diaplikasikan secara luas. Sebagian besar produk sol-gel adalah bahan keramik dan gelas dalam berbagai bentuk seperti bubuk *ultrafine* atau *spherical*, lapisan film tipis, serat keramik, membran inorganik mikropori, gelas dan keramik monolitik, dan bahan *aerogel* berpori.

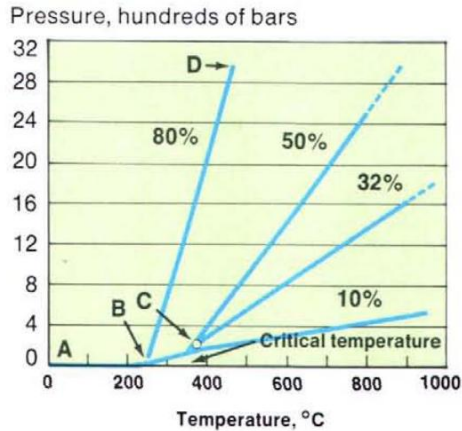
Prekursor yang digunakan pada umumnya ialah logam inorganik yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif seperti logam alkoksida ($M(OR)_z$), dimana R menunjukkan grup alkil (C_nH_{2n+1}). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air diantaranya ialah Tetrametoksisilan (TMOS), Tetraetoksisilan (TEOS) dan alkoksida lainnya seperti aluminat, titanat, borat, dan lain-lain. (Alfaruqi, 2008)



2.7. Hidrotermal

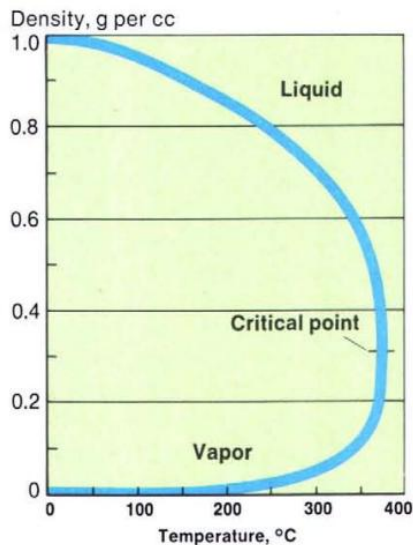
Pada tahun 1893, ahli kimia dari German, Robert Whilhelm Bunsen, melakukan riset terhadap barium karbonat dan stronsium karbonat. Pada material tersebut dilakukan proses hidrotermal pada temperatur 200°C dan pada tekanan 100 bar. Riset Bunsen tersebut merupakan riset hidrotermal pertama. Penelitian Bunsen diteruskan oleh Schafhault pada tahun 1845 dan Senarmont pada tahun 1851. Riset mereka menyimpulkan bahwa proses hidrotermal berhasil mendapatkan pertumbuhan kristal secara mikroskopik (Laudise, 1987). Kemudian riset G. Spezzia pada tahun 1905 mendapatkan bahwa proses hidrotermal berhasil mendapatkan pertumbuhan kristal baru dengan secara makroskopik. Spezzia mendapatkan pertumbuhan kristal baru dengan ukuran mencapai 15 mm. Spezzia melakukan proses hidrotermal pada temperatur 320-350°C (Spezzia, 1905). Riset hidrotermal terus dilakukan oleh Acke (1946), Hale (1948), Brown (1951), Walker (1950) dan Kohman (1955).

Hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode pertumbuhan ukuran kristal yang disebabkan pemanasan material oleh uap air. Pertumbuhan kristal pada proses hidrotermal terjadi pada baja bertekanan tinggi yang disebut dengan *autoclave*.



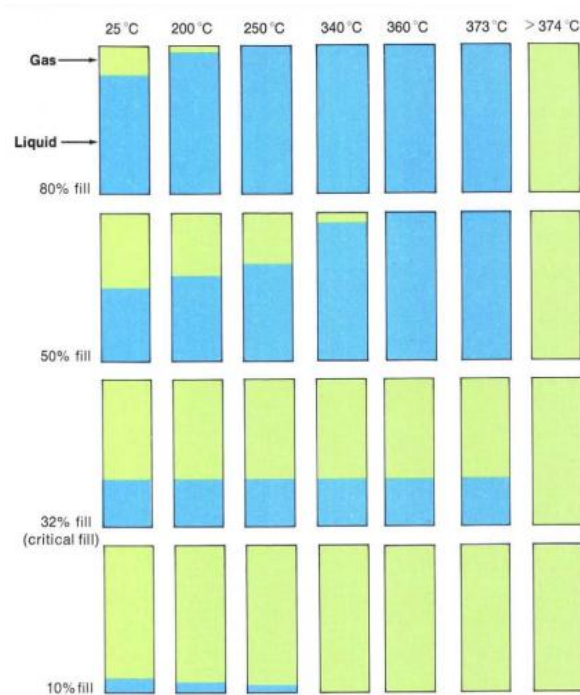
Gambar 2.5. Perilaku tekanan-temperatur *autoclave* yang terisi sejumlah air (Laudise, 1987)

Untuk memahami perilaku cairan padat pada temperatur tinggi, dibutuhkan pengetahuan mengenai bagaimana perilakunya dibawah kondisi tekanan, volume dan temperatur yang bervariasi. Gambar 2.5. menunjukkan grafik perlakuan tekanan-temperatur dari air yang berada di dalam autoclave yang diisi dengan persentase isi dari volume *autoclave*. Garis A-C adalah kurva tekanan uap yang berdampan dengan liquid dan gas. C adalah titik kritis air: 374°C, 220 bar. Pada titik kritis ini densitas gas dan liquid adalah 0.32 g per cc.



Gambar 2.6. Grafik peningkatan densitas air dalam *autoclave* terhadap temperatur (Laudise, 1987)

Apabila *autoclave* pada temperatur ruang terisi 80% dari volume bebasnya kemudian dipanaskan, tekanan didalamnya akan meningkat diindikasikan dengan kurva tekanan uap. Densitas dari air liquid menurun dan densitas dari uap air meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6. dimana menyebabkan level liquid pada *autoclave* meningkat hingga *autoclave* seluruhnya terisi oleh air liquid pada temp 250°C, sebagaimana yang diindikasikan pada baris atas diagram Gambar 2.7. Pada titik ini (B di sebelah kiri), tekanan di dalam *autoclave* dimulai dari kurva tekanan uap yang meningkat sepanjang kurva B-D. Densitas air akan menjadi 0.80 g per cc dibawah kondisi tersebut. Maka, ketika tekanan dan temperatur yang sedemikian rupa sehingga hanya cair atau gas yang ada dalam *autoclave*, densitas cairan identik dengan persentase isi dibagi 100.



Gambar 2.7. Perbandingan persentase isi terhadap temperatur (Laudise, 1987)

Diatas titik kritis, liquid tidak dapat ada, sehingga fluida dalam autoclave akan terdefinisikan menjadi gas. Tetapi tidak ada diskontinuitas yang terjadi ketika fluida melewati titik kritis.

Pada *autoclave* yang terisi dengan air lebih dari 32%, liquid akan berekspansi, sebagaimana yang ditunjukkan pada gambar 2.7 untuk mengisi *autoclave* pada beberapa temperatur dibawah temperatur kritis. Semakin tinggi presentasi isi, semakin rendah temperatur dimana *autoclave* terisi oleh liquid. Apabila *autoclave* diisi hingga 32%. Level liquid akan menjadi tidak dapat berubah selama naiknya temperatur. Meniskus liquid-gas menghilang pada temperatur kritis dan fenomena titik kritis klasik



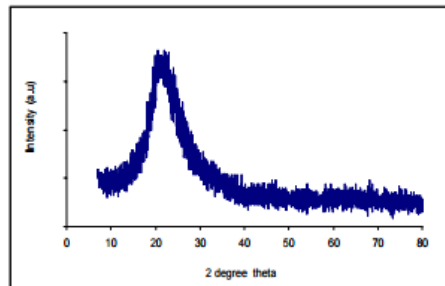
seperti *opalescence* terjadi. Ketika *autoclave* diisi kurang dari 32%, level liquid menurun selama naiknya temperatur karena liquid menghilang, *autoclave* mendidihkan hingga kering, pada temperatur dibawah temperatur kritis.

Perilaku yang hampir mirip terjadi dengan liquid lainnya. Jika liquid mengandung *solutes*, perilaku kritis dari komponen individual harus dipertimbangkan, tetapi perilaku larutan *aqueous* yang diencerkan, dijabarkan disini. (Laudise, 1987)

2.8. State of The Art (Penelitian Terdahulu)

C. Siriluk (2005) melakukan penelitian mengenai sintesis MCM-41 mesopori dari arang sekam padi (*rice husk ash*). RHA_MCM-41 disintesis menggunakan sodium silikat yang dipreparasi dari arang sekam padi dan sodium silikat komersial sebagai sumber silika dan penambahan *hexadecyltrimethylammonium bromide* (CTAB) sebagai template organik.

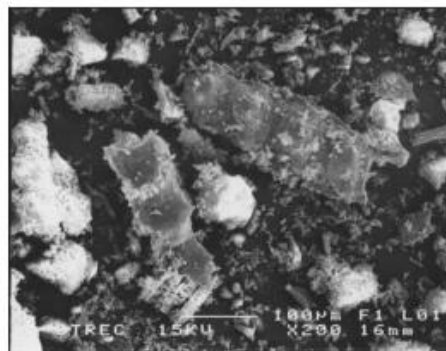
Campuran kemudian di aduk pada temperatur kamar selama 48 jam dan dikalsinasi pada temperatur 550°C selama 4 jam. Sifat kristalinitas dan porositas dari MCM-41 hampir sama dengan MCM-41 yang disintesis dari silika komersial. Hasil dari XRD mengindikasikan kristalinitas yang terdefinisi dengan baik. Diameter pori ditentukan dari SEM dari serbuk silika halus, sekitar 50 μm dan 0.3-0.5 μm . Hasil dari TEM mengkonfirmasi bahwa partikel memiliki susunan heksagonal yang merupakan karakteristik dari famili M41S. BET *surface area* dari partikel RHA-MCM-41 ditentukan dari adsorpsi nitrogen isothermal sekitar 730 m^2g^{-1} dan ukuran pori nya diestimasikan dari gambar TEM yang bersesuaian dengan ukuran pori yang dikalkulasi dari data nitrogen isothermal.



Gambar 2.8. Pola XRD dari silika yang diekstraksi dari abu sekam padi yang dihasilkan dari *acid leaching* (Siriluk, 2005)

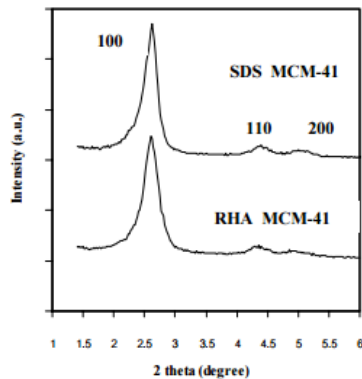
Gambar 2.8. menunjukkan pola XRD dari silika yang diekstraksi. puncak yang naik muncul pada sekitar 2θ sama dengan 22° , dengan jelas mengindikasikan bahwa silika yang dihasilkan berbentuk amorfus.

Morfologi dari silika yang diekstraksi dari RHA (*rice husk ash*) ditunjukkan dengan gambar 2.9. Partikel silika memiliki bentuk yang berbeda-beda, seperti globular dan rektangular ditemukan pada ekstrak tersebut.

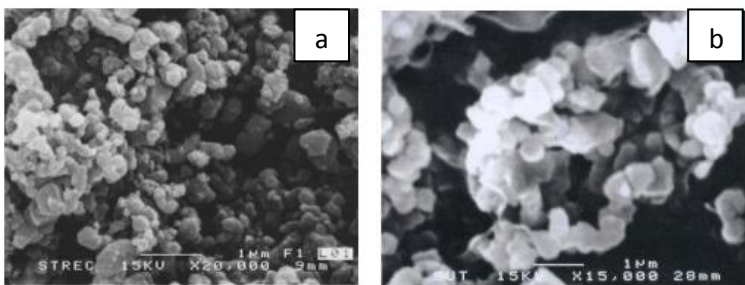


Gambar 2.9. Hasil SEM dari silika yang diekstraksi dari abu sekam padi (x200) (Siriluk, 2005)

Kristalinitas dari MCM-41 yang disintesis dari RHA dan sodium silikat diamati dari difraktogram XRD pada gambar 2.10. Pola XRD dari RHA_MCM-41 dan SDS_MCM-41 menunjukkan kemiripan. Refleksi dari kristal silikon dioksida ditemukan pada 2θ sama dengan 2.6° , 4.4° dan 5.0° , sesuai dengan bidang refleksi hkl 100, 110 dan 200. Ini mengindikasikan susunan dengan jarak yang panjang dari struktur mesopori heksagonal yang seragam yang merupakan karakteristik dari jenis MCM-41. Berdasarkan hasil, silika dari abu sekam padi dapat digunakan untuk sintesis material MCM-41 daripada menggunakan silika komersial.



Gambar 2.10. Pola XRD SDS_MCM-41 dan RHA_MCM-41 (Siriluk, 2005)

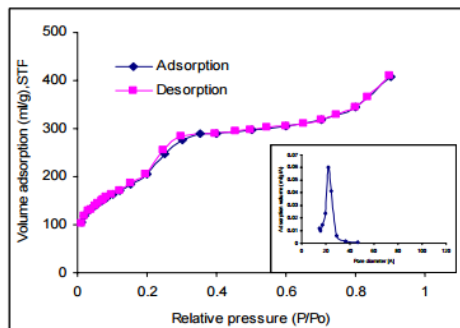




Gambar 2.11. Hasil SEM dari: (a) RHA_MCM-41 (x20.000) dan (b) SDS_MCM-41 (x15.000) (Siriluk, 2005)

Pada waktu aging selama 48 jam, silikat mengkristal secara bertahap dan membentuk jaringan *siloxane*. Mikrografik dari SEM pada gambar 2.11 menunjukkan partikel yang beraglomerasi dengan ukuran yang seragam dalam rentang 1.3-0.5 μm , lebih kecil dibandingkan dengan silika yang diekstraksi (50 μm).

Nitrogen adsorpsi-desorpsi dan distribusi ukuran pori dari MCM-41 yang disintesis ditunjukkan dengan gambar 2.12. Plot dari isoterm ditentukan sebagai tipe IV, menurut klasifikasi IUPAC, dan merupakan karakteristik dari material mesopori dengan rentang sempit dari pori silindrikan yang seragam. Puncak tajam yang muncul pada rentang 1.8-3.0 nm dengan diameter rata-rata 2.2 nm.



Gambar 2.12. Nitrogen adsorpsi dan desorpsi serta distribusi pori dari RHA_MCM-41. (Siriluk, 2005)

Sifat porositas yang dihasilkan dari nitrogen isoterm RHA_MCM-41 dan SDS_MCM-41 ditabulasikan pada tabel 2.1. *BET Surface Area* (S_{BET}) dari silika yang diekstraksi adalah 153 m^2g^{-1} . Diameter pori rata-rata dikalkulasi menggunakan BJH model untuk kedua MCM-41 yang disintesis bersikar sekitae 2.2

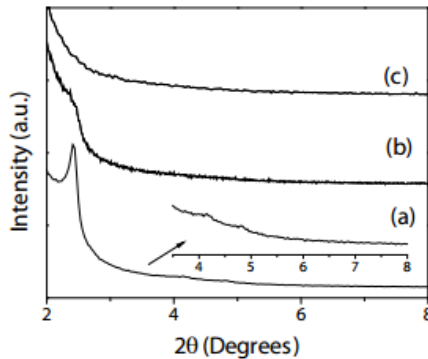


nm. Volume pori dari RHA_MCM-41 dan SDS_MCM-41 adalah 0.87 dan 0.70 ml g⁻¹. Menurut data porositas, diameter pori dari partikel tidak dipengaruhi oleh sumber silika tetapi dikontrol oleh panjang rantai karbon pada molekul *template* organik.

Tabel 2.1. Sifat Porositas dari Silika yang Diekstraksi Dibandingkan dengan RHA_MCM-41 dan SDS_MCM-41 (Siriluk, 2005)

| Samples | Particle size* (μm) | Pore diameter BJH (nm) | Pore volume (ml g ⁻¹) | S _{BET} (m ² g ⁻¹) |
|--------------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------------------------|---|
| RHA_Silica** | 50 | 3.6 | 0.28 | 153 |
| RHA_MCM-41 | 0.3 | 2.2 | 0.87 | 730 |
| SDS_MCM-41 | 0.5 | 2.2 | 0.70 | 960 |

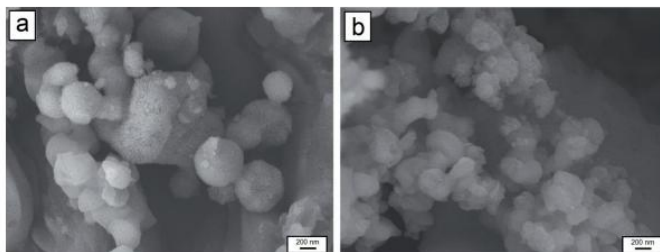
Ortiz (2013), melakukan penelitian mengenai *ordered* silika MCM-41 mesopori yang dipreparasi menggunakan sintesa metode hidrotermal menggunakan sodium silikat komersial (Na₂SiO₃) sebagai sumber silika, *heksadecyltrimethyl-ammonium bromide* (CTAB) sebagai *template* dan *ethyl acetate* sebagai regulator pH. Selanjutnya diamati pengaruh dari temperatur reaksi hidrotermal dengan temperatur 80, 90 dan 100°C, perbandingan molar CTAB/SiO₂, waktu reaksi, temperatur aging, dan jenis co-surfaktan pada sifat struktural dan sifat morfologi dari silika yang didapatkan. Sampel yang dihasilkan dikarakterisasi dengan *x-ray diffraction* (XRD), *scanning electron microscopy* (SEM), *transmission electron microscopy* (TEM) serta *nitrogen adsorption-desorption isotherms*.



Gambar 2.13. Pola XRD silika MCM-41 yang dihasilkan dari temperatur yang berbeda (Ortiz, 2013)

Gambar 2.13. menunjukkan bahwa dengan meningkatnya temperatur memberikan pengaruh negatif terhadap pembentukan silika MCM-41. Dapat dilihat dari karakteristik puncak difraksi 2θ dari bidang (100), (110) dan (200) yang muncul pada 2.41° , 4.14° dan 4.8° untuk sampel yang dipreparasi pada 80°C

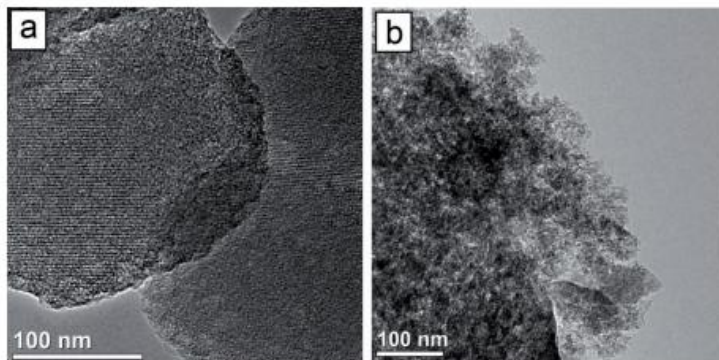
Silika MCM-41 mesopori yang teratur diperoleh pada 80°C menggunakan perbandingan molar CTAB/ SiO_2 pada rentang 0.35 hingga 0.71 dan waktu reaksi hingga 72 jam dan digunakan isopropanol (*i*-PrOH) sebagai co-surfaktan.



Gambar 2.14. SEM mikrografik untuk MCM-41 yang disintesis pada perbandingan rasio molar CTAB/ SiO_2 yang berbeda: (a) 0,71 dan (b) 0,53 (Ortiz, 2013)

Gambar 2.14. menunjukkan gambar SEM dari silika MCM-41 mesopori yang dihasilkan pada rasio molar CTAB/SiO₂ yang berbeda. Gambar a menunjukkan bentuk yang lebih reguler dibandingkan dengan sampel MCM-41 yang dihasilkan dari perbandingan rasio molar 0.53. gambar pertama menunjukkan morfologi sperikal yang lebih terdefinisi dengan ukuran partikel berkisar antara 300-500 nm.

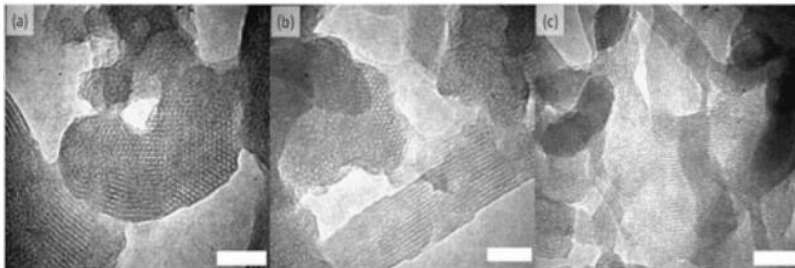
Struktur dari sampel lainnya dikarakterisasi dengan TEM. Morfologi dan mikrostruktur dari MCM-41 yang dihasilkan dapat dilihat dengan jelas dengan TEM. Gambar 2.15. menunjukkan silika MCM-41 yang dihasilkan dari perlakuan dengan temperatur 80°C (a) dan 90°C (b). MCM-41 yang dihasilkan dari perlakuan dengan temperatur 80°C menunjukkan bentuk sperikal yang terdefinisi dengan baik serta susunan heksagonal yang panjang yang tersusun secara teratur, tetapi mencoreng bentuk struktur pada sampel yang dihasilkan dari perlakuan dengan temperatur 90°C yang tidak menunjukkan susunan struktural.



Gambar 2.15. Mikrografik TEM MCM-41 yang disintesis dengan kondisi reaksi yang berbeda: (a) 80°C dan (b) 90°C (Ortiz, 2013)



Eng-Poh (2013) melakukan penelitian mengenai sintesis material nanoporous MCM-41 ramah lingkungan dengan pendekatan *multi-cycle* dengan menggunakan ulang reagen yang tidak direaksikan dalam supernatan setelah memisahkan produk solid. Metode yang dilakukan adalah nanoporous MCM-41 disintesis dari larutan alkalin yang mengandung CTAB (M-1), larutan sodium silikat (M-2) dan air distilasi (M-3). Awalnya, CTABr dilarutkan dalam 125ml air distilasi didalam botol PP. Sodium silikat kemudian ditambahkan pada campuran. H_2SO_4 ditambahkan setetes demi setetes agar mencapai pH 11, kemudian diberikan perlakuan hidrotermal pada temperatur $100^\circ C$ selama 24 jam.



Gambar 2.16. Hasil TEM dari MCM-41 dari beberapa siklus (a) M-1, (b) M-2 dan (c) M-3 (Eng-Poh, 2013)

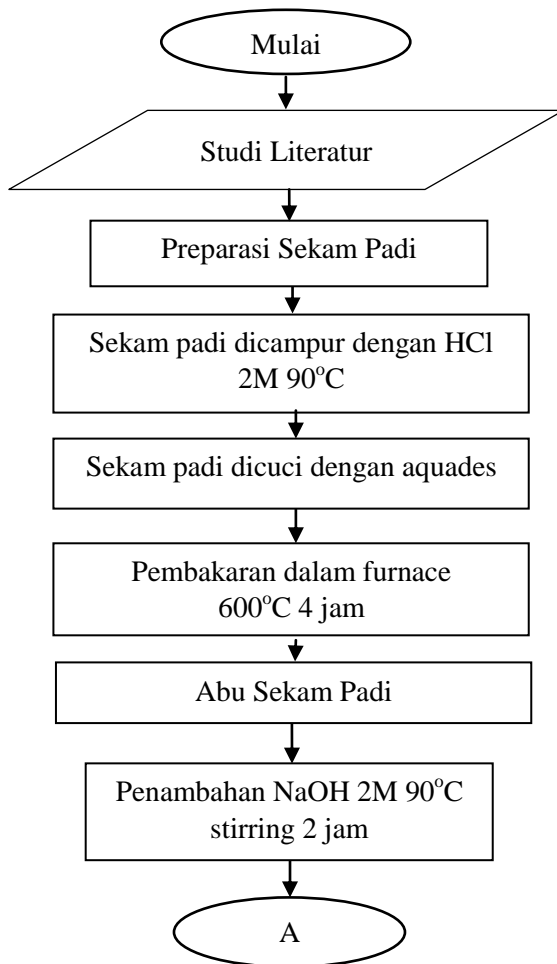
Pada gambar 2.16. dapat terlihat susunan pori heksagonal dengan jarak yang panjang pada M-1. Lain halnya dengan M-2 dan M-3 yang menunjukkan derajat keteraturan yang lebih rendah dari M-1. Walaupun periodisitas heksagonal dari *mesophase* ketiga sampel pada dasarnya terjaga dengan baik.

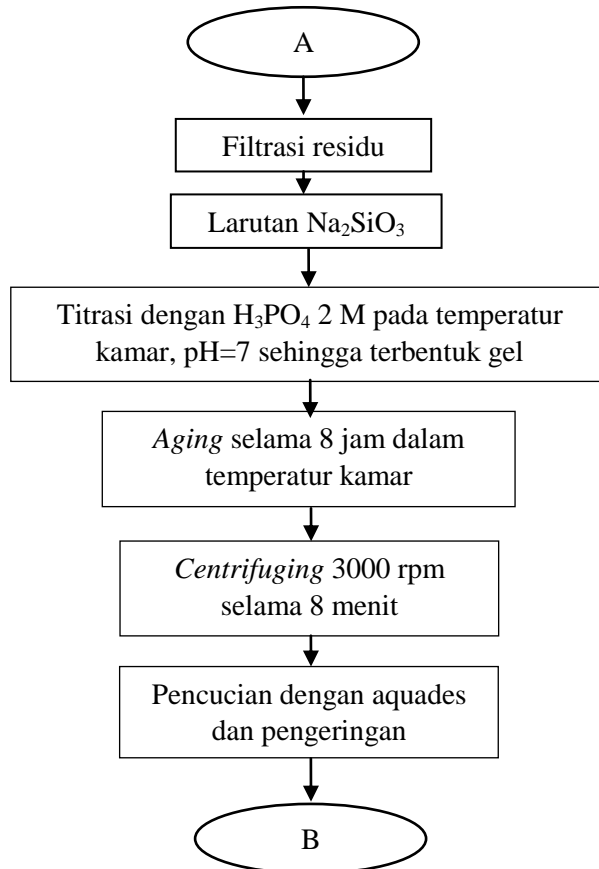
Penelitian sebelumnya telah berhasil mensintesis silika dari bahan dasar sekam padi, walaupun masih sedikit peneliti yang melakukan hal ini. Pada penelitian kali ini dilakukan sintesis silika dari sekam padi dengan memvariasikan temperatur reaksi hidrotermal.

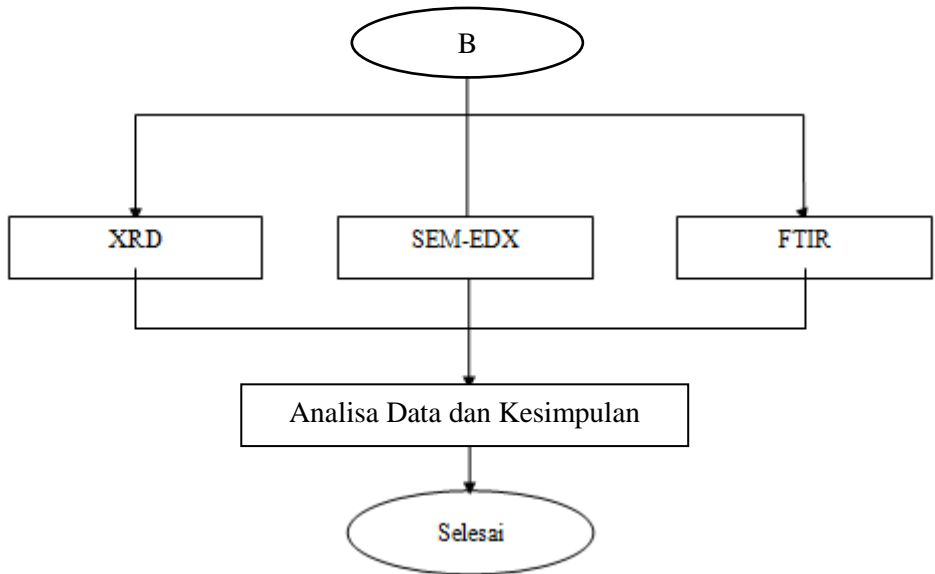
BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

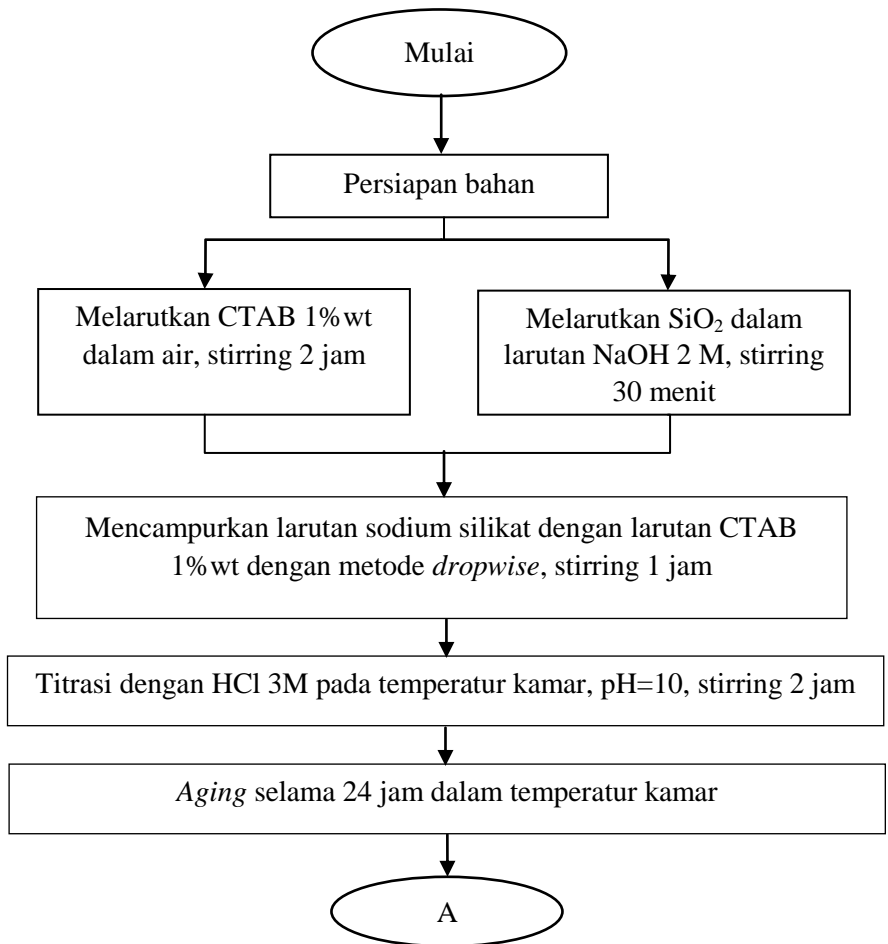
Dalam penelitian ini, terdapat dua tahapan yang akan dilaksanakan, yakni tahap ekstraksi sodium silikat dari sekam padi dan pembentukan silika mesopori.

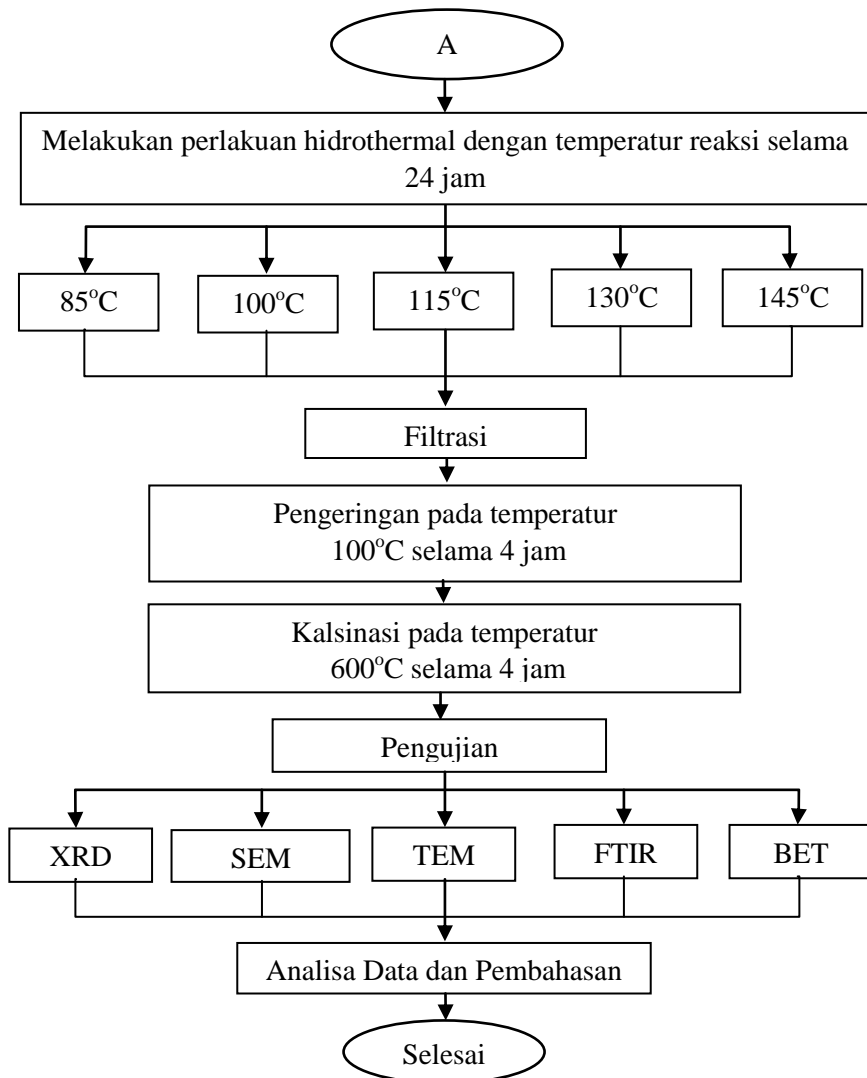






Gambar 3.1 Diagram alir proses ekstraksi





Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan silika mesopori



3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Serbuk Natrium Hidroksida (NaOH)
2. Sekam Padi, didapatkan dari daerah Batu, Malang berusia sekitar 8 bulan.
3. Larutan Asam klorida (HCl) 37%
4. Surfactant (CTAB), merek Sigma-Aldrich
5. Larutan H_3PO_4

3.3 Alat-Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Timbangan Digital

Timbangan digital merek Mettler Toledo digunakan untuk mengukur massa serbuk.



Gambar 3.3. Timbangan digital

2. *Spatula*
Spatula digunakan untuk mengambil serbuk yang akan digunakan.



Gambar 3.4. Spatula

3. *Crusible*

Crusible digunakan sebagai wadah specimen saat kalsinasi maupun sintering.



Gambar 3.5. *Crusibel*

4. *Furnace*

Furnace merek Thermo Scientific Thermolyne digunakan untuk proses pengeringan dan kalsinasi.



Gambar 3.6. *Furnace*

5. Kertas Saring
Kertas saring digunakan untuk memisahkan ampas hasil dari reaksi sekam padi dengan larutan NaOH 1 M dan endapan



Gambar 3.7. Kertas saring

6. Gelas Ukur
Gelas ukur digunakan untuk mengukur volume larutan yang akan digunakan.



Gambar 3.8. Gelas ukur

7. Buret
Buret digunakan untuk mentitrasi larutan agar mencapai pH yang sesuai.



Gambar 3.9. Buret

8. *Hot Plate Magnetic Stirrer*
Hot Plate Magnetic Stirrer digunakan untuk memanaskan dan menghomogenkan larutan dengan pengadukan.



Gambar 3.10. *Hot plate magnetic stirrer*

9. *Alat Centrifuge*

Alat centrifuge tipe H-C-8 Centrifuge digunakan untuk memutar sampel pada kecepatan tinggi, memaksa partikel yang lebih berat terkumpul ke dasar tabung *centrifuge*



Gambar 3.11. *Alat centrifuge*

10. *Autoclave*

Autoclave digunakan untuk melakukan perlakuan hidrotermal



Gambar 3.12. Autoclave

11. pH Meter

pH Meter digunakan untuk mengukur pH dari larutan.



Gambar 3.13. pH meter

12. Pengujian

SEM-EDX, XRD, FTIR, BET, SAXS, TEM

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Bahan

3.4.1.1 Ekstraksi Sodium Silikat

Ekstraksi Sodium Silikat (Na_2SiO_3) dilakukan dengan cara menambahkan HCl 2 M sebanyak 100 ml sambil dipanaskan dengan temperatur 90°C selama dua jam. Kemudian dicuci hingga pH 7 dan dipanaskan dalam *muffle furnace* 600°C selama 4 jam.



Gambar 3.14. Abu sekam padi

Hasil pemanasan berupa abu sekam padi, yang ditunjukkan pada gambar 3.14. direaksikan dengan NaOH 2 M sebanyak 100 ml dengan *stirring* 90⁰ C selama 2 jam. Setelah itu dibiarkan mendingin dan disaring ampasnya menggunakan kertas saring. Larutan hasil saringan dititrasi dengan larutan H₃PO₄ 2 M sedikit demi sedikit hingga pH mencapai 7. Setelah itu, dibiarkan 30 menit untuk proses *aging*.

Proses *aging* selesai, dimasukkan dalam mesin centrifuge 3000rpm selama 8 menit kemudian dilanjutkan dengan mencuci endapan yang terbentuk dengan akuades. Endapan tersebut dicuci minimal tiga kali hingga tidak berkeruh. Endapan tersebut kemudian dilakukan pengeringan (*drying*) dengan suhu 100⁰ C selama dua jam. Hasil dari proses pengeringan tersebut diambil sampel, yang ditunjukkan pada gambar 3.15 kemudian dilakukan pengujian.



Gambar 3.15. Serbuk SiO_2

3.4.2 Proses Pembuatan Silika Mesopori

CTAB 1% wt dilarutkan dalam 25ml air dan di *stirring* selama 4 jam. Sodium silikat di campur tetes demi tetes sebanyak 25ml. Campuran surfaktan, dan sodium silikat di *stirring* selama 1 jam. Campuran kemudian dititrasi dengan HCl 3M hingga pH mencapai 10 dan di *stirring* selama 2 jam hingga terbentuk gel yang ditunjukkan pada gambar 4.4.



Gambar 3.16. Gel yang terbentuk setelah penambahan larutan HCl.



Kemudian diberikan perlakuan hidrothermal yang diaplikasikan pada temperatur (85 °C, 100 °C, 115 °C, 130 °C dan 145 °C) selama waktu tertentu. Campuran tersebut lalu di filter, dikeringkan pada temperatur 100 °C selama 4 jam.

3.4.2.1 Proses Sintering

Setelah mencampurkan seluruh bahan berdasarkan perbandingannya, bahan-bahan tersebut disintering dengan furnace dalam 600°C selama 4 jam untuk menghasilkan serbuk silika mesopori.

3.4.3. Pengujian

Pengujian dilakukan untuk mengetahui fasa, struktur dan sifat dari silika mesopori dengan variasi komposisi dalam pembentukannya. Pengujian yang akan dilakukan sebagai berikut:



3.4.3.1 XRD

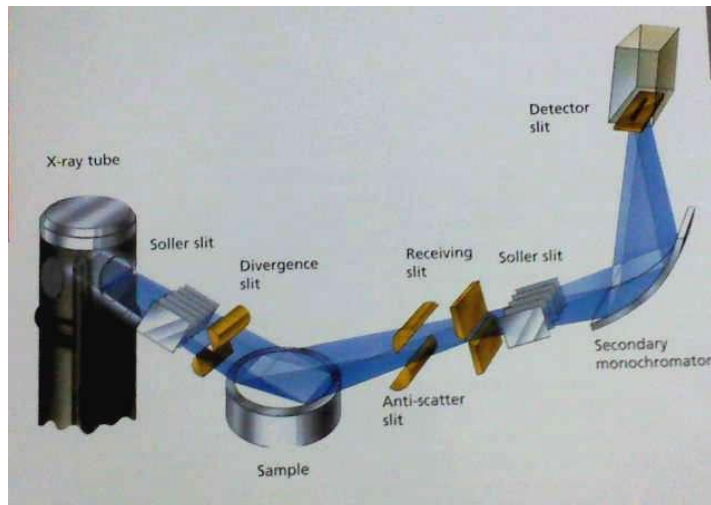


Gambar 3.17. Alat XRD PANalytical tipe X'Pert³ Powder

Pada penelitian ini digunakan alat XRD merek PANalytical tipe X'Pert³ Powder seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.17.

Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dari silika mesopori. Uji difraksi Sinar-X (XRD) dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk.

Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat yaitu sebuah plat tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai dengan sampel (pellet) dengan perekat pada sisi baliknya.



Gambar 3.18 Skema alat uji XRD

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh Gambar 3.18. berikut:

1. Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X.
2. Sampel berbentuk pelet diletakkan diatas tatakan yang dapat diatur.
3. Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ .
4. Intensitas difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva terhadap jarak antara bidang d.

Analisa yang dilakukan pada hasil XRD menggunakan analisa sebagai berikut:

1. Analisa Kualitatif



Dilakukan dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data ICDD.

2. Analisa Kuantitatif

Analisa kuantitatif dilakukan untuk menghitung ukuran Kristal yang terbentuk dari data XRD.

3.4.3.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)



Gambar 3.19. Mesin SEM –EDAX FEI tipe Inspect S-50

Pada penelitian ini digunakan alat SEM-EDAX FEI tipe Inspect S-50 seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.19.

Pengujian SEM dilakukan terhadap silika mesopori dan hasil ekstraksi sodium silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Gambar 3.20. menunjukkan prinsip kerja SEM. Pada prinsipnya *Scanning Electron Microskopi* (SEM) berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Adapun cara kerja dari SEM adalah *electron gun* memproduksi *electron beam*, anoda menangkap *electron beam* untuk kemudian diarahkan ke sampel kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini dan menembakkan ke sampel, *scanner* membaca struktur permukaan sampel selanjutnya menangkap sinyal dari



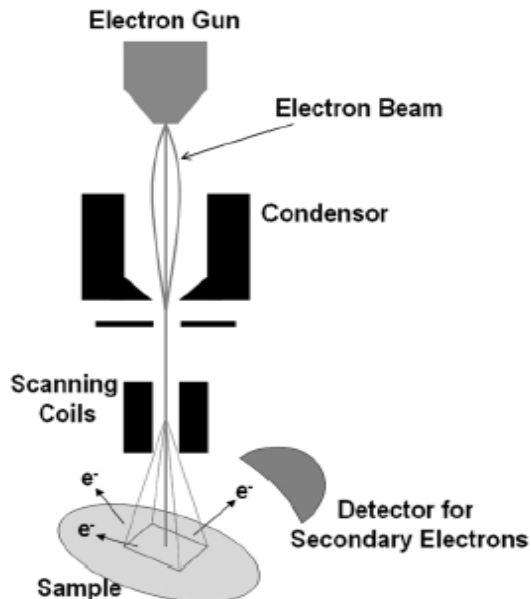
secondary dan *back scattered electron* untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan. Sampel metalografi yang digunakan pada pengujian SEM dilapisi dengan karbon dan lapisan emas putih yang digunakan antara cetakan sampel dan stub untuk mencegah *charging*. Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

a. Tahap preparasi

Sampel berupa pelet diletakkan pada holder yang telah disiapkan.

b. Tahap pengujian

Serbuk yang telah diletakkan pada holder dimasukkan ke dalam mesin uji, kemudian gambar muncul pada layar komputer



Gambar 3.20 Skema alat uji SEM



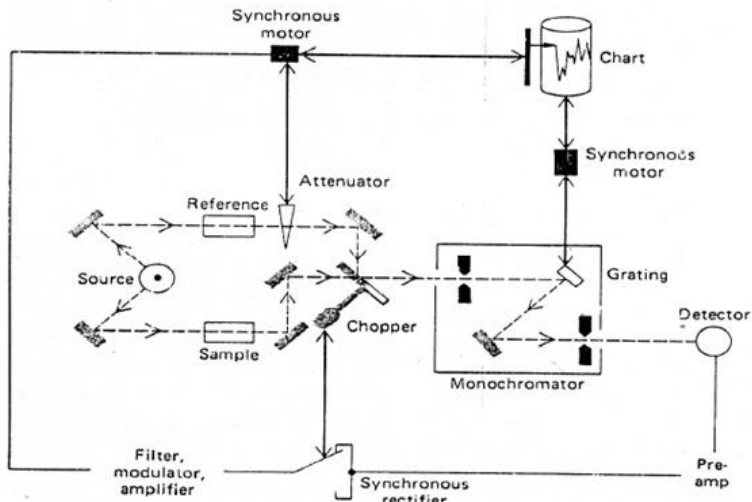
3.4.3.3 FTIR

Tujuan pengujian ini adalah untuk mengetahui gugus fungsi dari sekam padi dan hasil dari ekstraksi silika.

Gambar 3.21. menunjukkan prinsip kerja FTIR. Sistem optik Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR) ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer Infra Red yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik Fourier Transform Infra Red.

Pada sistem optik Fourier Transform Infra Red digunakan radiasi LASER (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red adalah Tetra Glycerine Sulphate (disingkat TGS) atau Mercury Cadmium Telluride (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.



Gambar 3.21. Skema alat uji FTIR

3.4.3.4. TEM (Transmission Electron Microscopy)

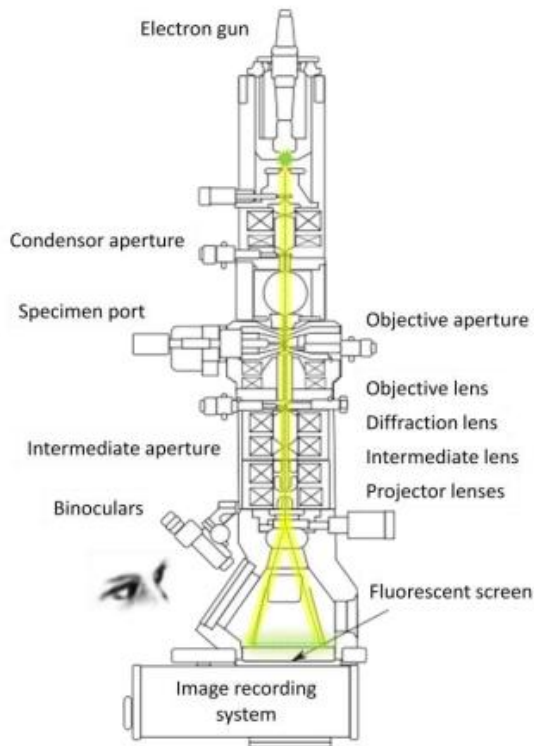


Gambar 3.22. TEM merek JEOL tipe JEM 1400

Pada penelitian ini digunakan alat TEM merek JEOL tipe JEM 1400 seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.22.



Mikroskop jenis ini memungkinkan untuk melihat struktur internal dari material. Gambar 3.23. menunjukkan prinsip kerja TEM. Mekanisme nya dapat dijelaskan sebagai berikut. Setelah *beam* berinteraksi dengan sampel, berdasarkan densitas dari material, beberapa elektron akan tersebar dan keluar dari *beam*. *Impact* dari elektron yang tidak tersebar terhadap *fluorescent screen* yang mana akan menghasilkan gambar dari spesimen. Teknik ini digunakan secara luas untuk meneliti struktur nano.



Gambar 3.23. Struktur dari TEM



3.4.3.5. BET Surface Analysis



Gambar 3.24. BET merek Quantachrome tipe Nova 2200e

Pada penelitian ini digunakan alat BET merek Quantachrome tipe Nova 2200e seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.24.

Teknik ini memungkinkan untuk menghitung luas area spesifik dari sampel berdasarkan adsorpsi molekul nitrogen pada permukaan. Teori ini juga dikenal sebagai BET, yang berdasarkan adsorpsi *monolayer* pada permukaan, yang merupakan ekstensi dari teori Langmuir.

Persamaan yang berhubungan dengan *surface recovery* dengan tekanan tertentu pada temperatur konstan dianggap isotermik. Ada beberapa pernyataan untuk isotermik, tetapi yang paling sering digunakan adalah *Langmuir's Isotherm*

$$\theta = f(P) \text{ pada } T \text{ konstan} \quad \dots (3.1)$$

$$\theta = \frac{kP}{1+kP} \quad \dots (3.2)$$

Langmuir's Isotherm menyatakan monolayer, namun BET memperkenalkan konsep dari adsorpsi multilayer yang merupakan:

- Molekul diadsorpsi pada lapisan terbatas pada permukaan yang solid.



- Tidak ada interaksi diantara lapisan teradsorpsi yang berbeda.
- Teori Langmuir dapat diaplikasikan pada masing-masing lapisan.

Persamaan BET (Brunauer, Emmet dan Teller) adalah

$$\frac{\frac{P}{P_o}}{n_a \left(1 - \left(\frac{P}{P_o} \right) \right)} = \frac{1}{n_m \cdot C} + \frac{C-1}{n_m \cdot C} \cdot \frac{P}{P_o} \quad \dots (3.3)$$

Dimana:

n_a = jumlah teradsorpsi

n_m = kapasitas *monolayer*

C = konstanta BET

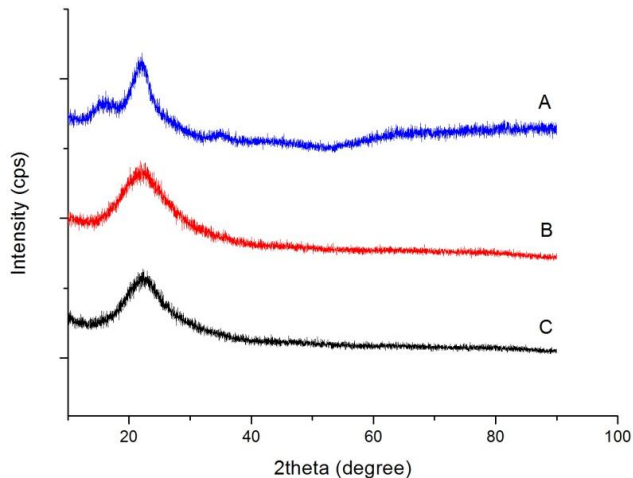


(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dengan mengacu pada rangkaian prosedur penelitian yang tercantum pada BAB III, maka diperoleh data-data XRD, EDX, FTIR, SEM TEM dan BET. Komposisi kimia dari sekam padi dan abu sekam padi (*rice husk ash*) diperoleh dari pengujian EDX. Data hasil uji XRD pada sekam padi, abu sekam padi, silika hasil ekstraksi, dan silika nanopartikel mesopori digunakan untuk menentukan fasa yang terbentuk. Data hasil uji FTIR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsi dari material. Data morfologi permukaan dan pori diperoleh dari pengujian SEM dan TEM. Data luas permukaan dan ukuran pori diperoleh dari pengujian *BET surface analysis* (uji fisisorpsi).

4.1. Analisa Hasil XRD



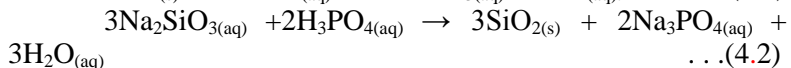
Gambar 4.1. Hasil XRD dari sampel (A) sekam padi sebelum dibakar (B) sekam setelah leaching HCl dan kalsinasi 600°C (C) SiO₂ hasil ekstraksi



Gambar 4.1. merupakan difraktogram hasil pengujian XRD untuk sampel sekam padi, abu sekam padi serta serbuk silika yang telah melalui proses *acid leaching* dengan HCl dan dikalsinasi dengan temperatur 600°C, serta SiO₂ hasil dari ekstraksi. Dari hasil difraktogram dapat terlihat bahwa ketiga sampel memiliki grafik yang menunjukkan fasa amorfus. Pada difraktogram sekam (Gambar 4.1. (A)), terdapat nilai 2θ sebesar 22,1523° menunjukkan fasa silika amorfus. Pada diagram terdapat pula *peak* lain dengan nilai 2θ sebesar 15,0091°; 16,0601°; 34,8023°; 35,3278°; 37,2545° yang menunjukkan adanya kandungan besi oksida, bersesuaian dengan ICDD #00-013-0458.

Pada difraktogram abu sekam padi (Gambar 4.1. (B)), terdapat kurva yang melebar dengan nilai 2θ sebesar 22,3659° yang menunjukkan fasa silika amorfus. Pada difraktogram silika hasil ekstraksi (Gambar 4.1. (C)), terdapat puncak yang melebar dengan nilai 2θ sebesar 22,1907° yang menunjukkan fasa amorfus silika, sesuai dengan penelitian Maurice (2014) yang menyatakan bahwa munculnya puncak lebar pada Bragg *angle* 2θ = 22°. Tidak adanya puncak yang tajam menunjukkan tidak adanya struktur kristalin pada silika nanopartikel hasil ekstraksi.

Pada proses ekstraksi silika dari sekam padi, terjadi beberapa reaksi sebagai berikut.



Pada proses ekstraksi silika dari sekam padi dilakukan proses *acid leaching* dengan menggunakan larutan asam klorida (HCl), dimana proses ini bertujuan untuk menghilangkan impuritas atau lain selain unsur Si, khususnya unsur logam. Proses ini dilakukan sebelum proses pembakaran dalam *furnace*.

Abu hasil pembakaran berwarna putih kecoklatan. Hal ini menunjukkan bahwa proses *acid leaching* dengan menggunakan asam klorida mampu menghilangkan pengotor-pengotor logam alkali yang terdapat pada sekam padi sehingga menghasilkan silika amorfus dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi.

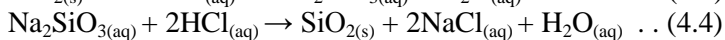
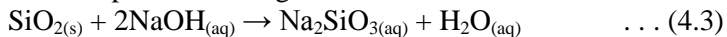


Peningkatan kemurnian silika yang diiringi oleh penurunan kandungan unsur selain silikon, seperti karbon (C), magnesium (Mg), kalsium (Ca), titanium (Ti) dan besi (Fe) yang ditunjukkan oleh Tabel 4.1. sebagai hasil pengujian EDX.

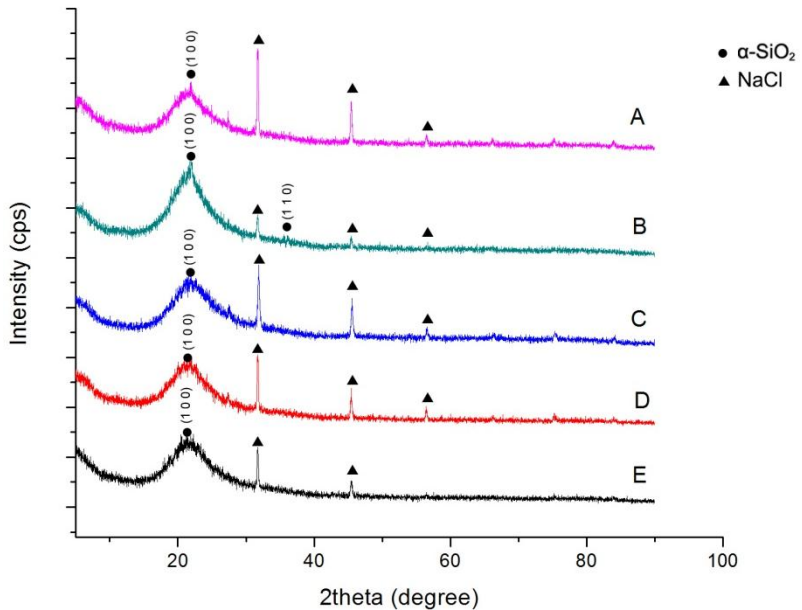
Tabel 4.1. Komposisi Unsur Hasil Pengujian EDX dari Sekam Padi dan Abu Sekam Padi

| Unsur | Sekam Padi (wt%) | Abu Sekam Padi (wt%) |
|-------|---------------------|-------------------------|
| C | 28,00 | 00,85 |
| O | 43,56 | 41,12 |
| Na | 00,15 | 00,29 |
| Mg | 00,39 | 00,32 |
| Si | 23,46 | 54,38 |
| S | 00,20 | 00,47 |
| K | 00,41 | 00,41 |
| Ca | 00,78 | 00,71 |
| Ti | 00,92 | 00,36 |
| Fe | 02,13 | 01,08 |

Pada proses kedua, yakni pembuatan silika nanopartikel mesopori dibutuhkan surfaktan yang berfungsi sebagai *template*. Pada penelitian ini, digunakan surfaktan yakni Setiltrimetil amoniumbromida (CTAB). Pada proses pembuatan tersebut terjadi beberapa reaksi sebagai berikut.



Reaksi (4.4) merupakan reaksi pada proses penambahan NaOH ke dalam serbuk SiO_2 yang ditunjukkan pada gambar 4.3. Sedangkan reaksi (4.4) merupakan reaksi yang terjadi pada proses penambahan sedikit demi sedikit larutan HCl.



Gambar 4.2. Difraktogram dari sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C.

Gambar 4.2. merupakan difraktogram hasil pengujian XRD untuk sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C. Dari hasil difraktogram dapat terlihat puncak tertinggi dengan nilai 2θ sebesar sekitar 22°.

Pada grafik juga menunjukkan keberadaan senyawa Na dan Cl, puncak-puncak yang tajam pada nilai 2θ sebesar sekitar 31,7°; 45,4°; dan 56,4° mengindikasikan Na dan Cl yang terbetuk pada proses titrasi. Munculnya senyawa tersebut diakibatkan proses pencucian gel yang kurang sempurna sehingga senyawa tersebut tidak dapat hilang dengan sempurna.

Selain itu juga terlihat juga puncak-puncak lain yang bersesuaian dengan hkl miller. Terdapat puncak-puncak yang sesuai dengan indeks 100 hkl miller yang menurut Mokhonoana



(2005) semakin tinggi puncak dengan indeks miller 100 menunjukkan keteraturan susunan dua dimensi yang semakin panjang. Selain itu semakin tingginya keberadaan puncak dengan indeks miller 110 menunjukkan meningkatnya derajat keteraturan. Dari diagram terlihat bahwa sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 100°C memiliki keteraturan susunan yang paling baik.

Dari hasil XRD tersebut dapat pula dihitung ukuran kristal dari nanopartikel silika mesopori dengan rumus Debye Scherrer pada tabel 4.3.

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad \dots (4.6)$$

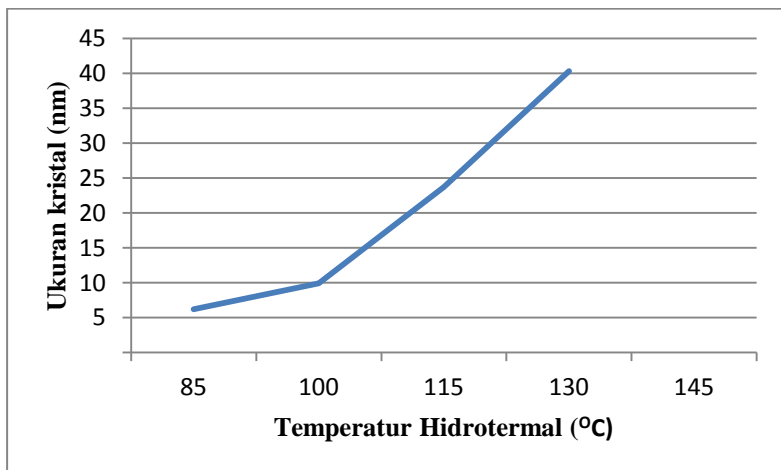
D merupakan ukuran kristal dalam Å, λ adalah panjang gelombang yang digunakan dalam pengujian XRD yaitu 1,54056 Å, dan B adalah lebar setengah puncak dalam radian. θ adalah posisi sudut terbentuknya puncak. Hasil XRD juga menunjukkan FWHM untuk dapat menentukan nilai B(rad). Dari perhitungan tersebut, didapatkan ukuran kristal nanopartikel silika mesopori:



Tabel 4.2. Ukuran Kristal Nanopartikel Silika Mesopori

| Temperatur Hidrotermal | $\lambda(\text{\AA})$ | B(rad) | $2\theta(^{\circ})$ | D (\AA) | D (nm) |
|------------------------|-----------------------|---------|---------------------|--------------------|--------------|
| 85 $^{\circ}\text{C}$ | 1,54060 | 0,02251 | 21,9095 | 62,7398 | 6,2739 |
| 100 $^{\circ}\text{C}$ | 1,54060 | 0,01413 | 22,0168 | 99,9668 | 9,9966 |
| 115 $^{\circ}\text{C}$ | 1,54060 | 0,00593 | 21,4882 | 237,9899 | 23,7989 |
| 130 $^{\circ}\text{C}$ | 1,54060 | 0,00349 | 20,0267 | 403,4348 | 40,3434 |
| 145 $^{\circ}\text{C}$ | 1,54060 | 0,00034 | 21,1159 | (unmeasured) | (unmeasured) |

Adanya kurva yang melebar pada difraktogram XRD pada sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 145 $^{\circ}\text{C}$ menunjukkan ukuran kristal yang tereduksi menjadi nano material serta telah menunjukkan ukuran pori. Adanya pori tersebut kemudian mempengaruhi bentuk kurva yang melebar dan ukuran kristal menjadi tidak dapat di kalkulasi (*unmeasured*).



Gambar 4.3. Grafik pengaruh variasi temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal nanopartikel silika mesopori



Gambar 4.3. menunjukkan pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal nanopartikel silika mesopori. Dari grafik dapat diamati bahwa ukuran akan meningkat dari temperatur hidrotermal 85°C hingga 130°C , sedangkan tidak dapat terukur pada temperatur hidrotermal 145°C . Dari grafik tersebut dapat disimpulkan bahwa dengan semakin meningkatnya temperatur hidrotermal, maka ukuran kristal dari sampel akan semakin meningkat pula, tetapi dengan temperatur hidrotermal diatas 145°C akan menyebabkan ukuran kristal menjadi tidak terukur karena berstruktur amorfus.

4.2. Analisa Hasil FTIR

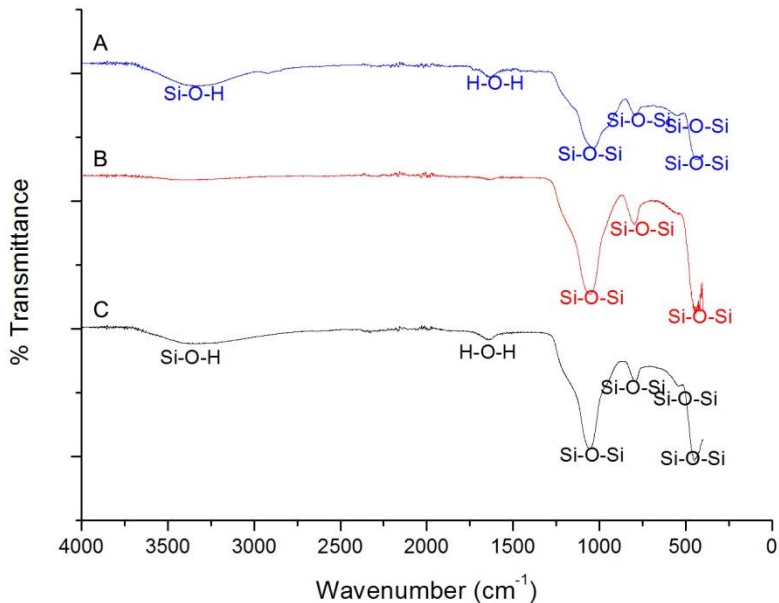
Sampel FTIR berupa sekam padi, serbuk dari sekam yang telah diperlakukan menggunakan HCl kemudian dibakar dengan temperatur 600°C dan silika hasil ekstraksi tersebut.

Gambar 4.4. merupakan hasil dari pengujian FTIR dari sekam padi, abu sekam padi setelah diberikan perlakuan *acid leaching* dan silika hasil ekstraksi. Terdapat persamaan puncak pada sekam, sekam padi yang telah dibakar maupun hasil ekstraksi. Grafik 4.4. (A) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada sekam padi. Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1033,65\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $789,54\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $548,81\text{ cm}^{-1}$ dan $426,32\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si. Terdapat vibrasi tekuk H-O-H pada bilangan gelombang $1637,33\text{ cm}^{-1}$ serta terdapat pita melebar pada bilangan gelombang $3338,63\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan gugus Si-OH.

Grafik 4.4. (B) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada abu sekam padi yang telah di beri perlakuan *acid leaching*. Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1054,00\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $797,55\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $440,27\text{ cm}^{-1}$, $422,65\text{ cm}^{-1}$, $418,11$ dan $406,83$



cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si. Pada sampel abu sekam padi tidak terlihat adanya gugus -OH, hal ini menunjukkan proses pembakaran pada temperatur 600°C efektif dalam menghilangkan senyawa-senyawa organik.



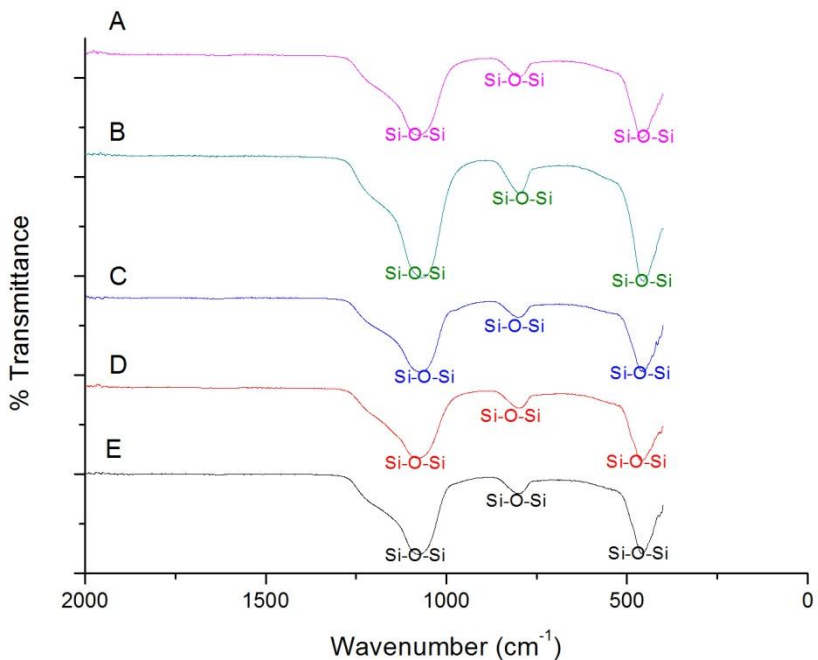
Gambar 4.4. Hasil uji FTIR (A) sekam padi (B) abu sekam padi dan (C) silika hasil ekstraksi

Grafik 4.4. (C) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada silika hasil ekstraksi. Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1057,49 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $792,16 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $448,92 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si. Terdapat pita yang melebar pada bilangan gelombang $3345,94 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan vibrasi ulur dari silanol -OH karena teradsorpsinya molekul air pada permukaan silika. Juga terdapat pita vibrasi tekuk dari H-O-



H pada bilangan gelombang $1654,03\text{ cm}^{-1}$, karena adanya molekul air yang terjebak pada matriks silika.

Berikut sampel FTIR yang berupa Silika dengan penambahan CTAB 1 %wt dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C , 100°C , 115°C , 130°C dan 145°C .



Gambar 4.5. Hasil uji FTIR nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C , (B) 100°C , (C) 115°C , (D) 130°C dan (E) 145°C .

Grafik 4.5. (A) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada silika dengan penambahan CTAB 1 %wt dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C . Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1077,45\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur



asimetri dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $799,63 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $460,03 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si.

Grafik 4.5. (B) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada silika dengan penambahan CTAB 1 %wt dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 100°C . Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1065,86 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur asimetri dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $796,83 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $455,33 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si.

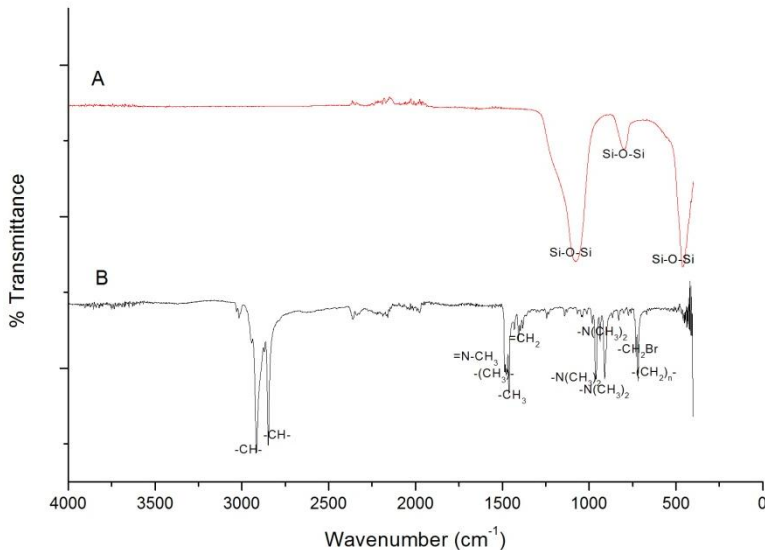
Grafik 4.5. (C) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada silika dengan penambahan CTAB 1 %wt dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 115°C . Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1073,32 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur asimetri dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $799,27 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $453,91 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si.

Grafik 4.5. (D) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada silika dengan penambahan CTAB 1 %wt dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 130°C . Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1077,06 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur asimetri dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $798,65 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $460,01 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si.

Grafik 4.5. (A) menunjukkan hasil pengujian FTIR pada silika dengan penambahan CTAB 1 %wt dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 145°C . Terdapat puncak dengan bilangan gelombang $1076,71 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur asimetri dari Si-O-Si. Pada bilangan gelombang $799,84 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si. Pada



bilangan gelombang $459,82 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetris Si-O-Si.



Gambar 4.6. Hasil uji FTIR (A) Nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C (B) CTAB

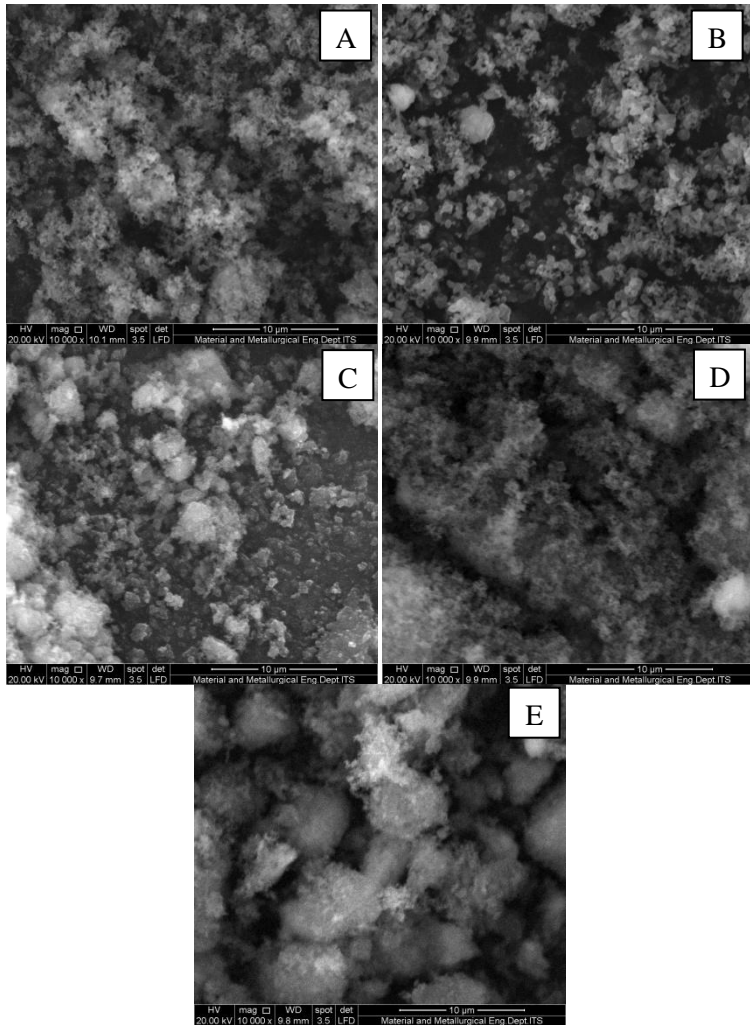
Berdasarkan hasil uji FTIR yang telah dilakukan, dapat di amati pada gambar 4.6. bahwa adanya vibrasi ulur asimetri serta vibrasi ulur simetri Si-O-Si menunjukkan pita infra merah (IR) untuk mesofasa silika, sedang tidak adanya pita vibrasi ulur kelompok -C-H pada bilangan gelombang $2850\text{-}3000 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bahwa proses kalsinasi pada temperatur 600°C untuk menghilangkan molekul surfaktan CTAB berlangsung sempurna.



4.3. Analisa Hasil SEM

Hasil uji SEM pada sampel nanopartikel silika mesopori ditunjukkan pada gambar 4.7. Gambar 4.7. merupakan hasil SEM pada perbesaran 10.000x, dimana menunjukkan sampel yang memiliki bentuk partikel bulat yang memiliki ukuran seragam. Sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 85°C (Gambar 4.7. (A)) menunjukkan persebaran partikel yang cukup merata, dan pada sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 100°C (Gambar 4.7. (B)) persebaran partikel yang merata. Dapat dilihat pada sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 115°C, 130°C dan 145°C (Gambar 4.10. (C, D, dan E)) bahwa sampel terdiri dari gumpalan (*cluster*). Yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan. Pemisahan antara gumpalan dapat terlihat dengan cukup jelas.

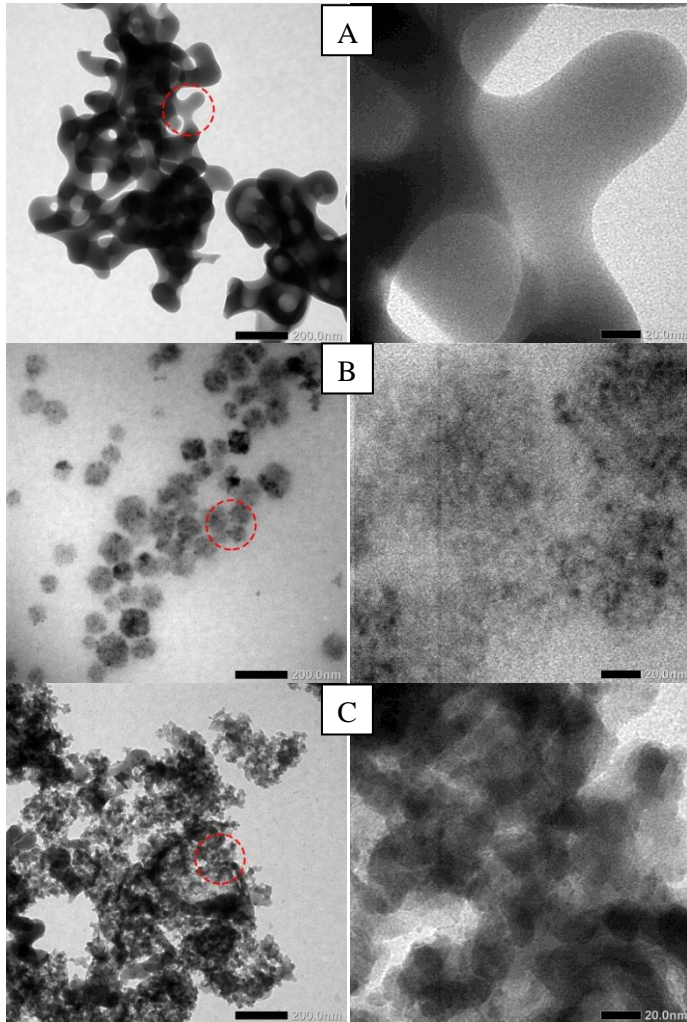
Hasil SEM (Gambar 4.10.) juga memperlihatkan bahwa terjadi peningkatan ukuran partikel pada temperatur perlakuan hidrotermal yang semakin tinggi.



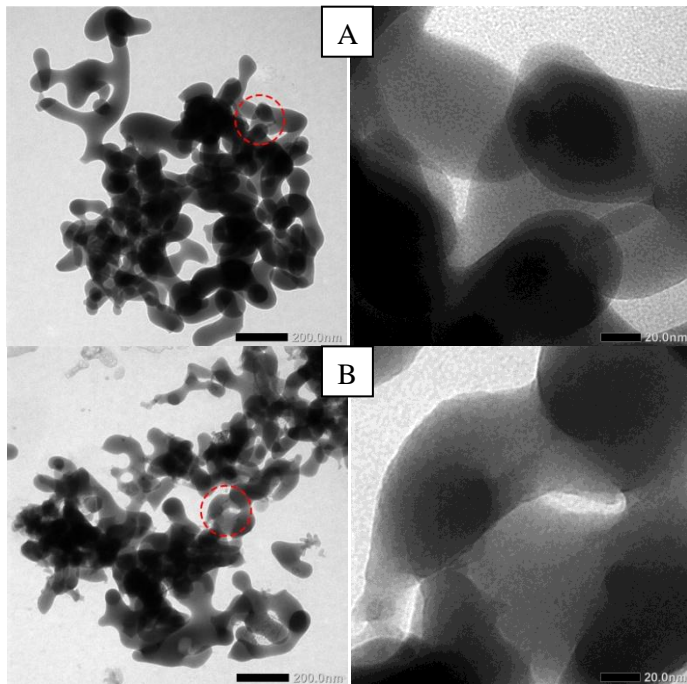
Gambar 4.7. Hasil uji SEM dari sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C.



4.4. Analisa Hasil TEM



Gambar 4.8. Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C

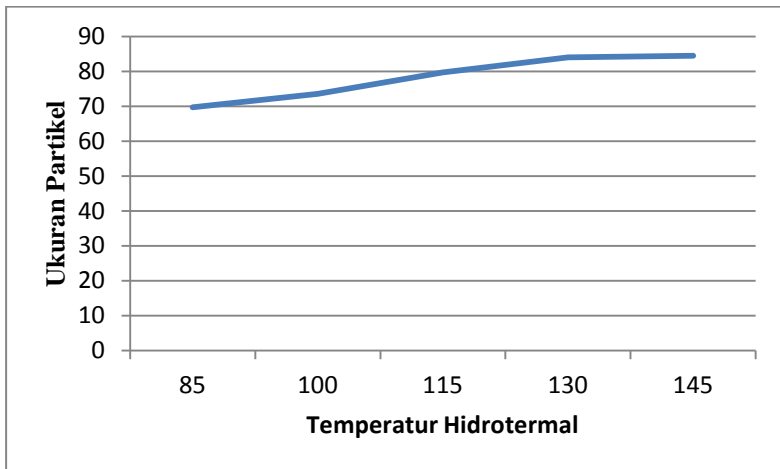


Gambar 4.9.. Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal (A) 130°C, (B) 145°C

Hasil pengujian TEM ditunjukkan oleh Gambar 4.8. dan 4.9. Berdasarkan hasil pengujian TEM, nanopartikel silika berbentuk bulat dan seragam. Akan tetapi, pada beberapa sampel uji, seperti sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 85°C (Gambar 4.8 (A)), 130°C (Gambar 4.9. (A)) dan 145°C (Gambar 4.9. (B)), menunjukkan bahwa antar partikel silika membentuk satu kesatuan sehingga tidak terlihat jelas batas antar partikelnya. Selain itu, secara morfologi terlihat bahwa sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 100°C (Gambar 4.8. (B)), dan 115°C (Gambar 4.8. (C)) merupakan sampel yang memiliki ukuran partikel paling seragam.



Dari hasil uji TEM juga dapat diketahui ukuran rata-rata partikel dari masing-masing sampel. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 69,69 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 100°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 73,54 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 115°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 79,65 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 130°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 84,03 nm. Dan pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 84,42 nm.



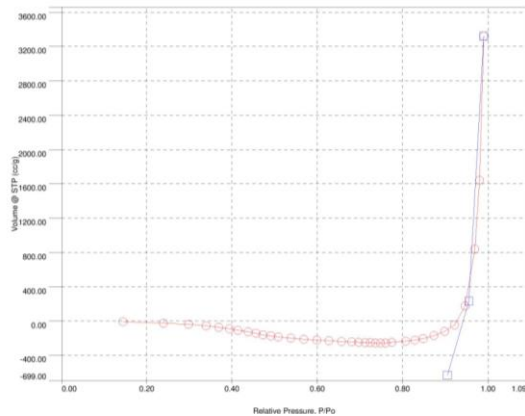
Gambar 4.10. Grafik pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran partikel nanopartikel silika mesopori

Gambar 4.10. menunjukkan pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran partikel nanopartikel silika mesopori. Dari grafik dapat diamati bahwa ukuran partikel akan meningkat dari temperatur hidrotermal 85°C hingga 145°C. Dari grafik tersebut dapat disimpulkan bahwa dengan semakin



meningkatnya temperatur hidrotermal, maka ukuran partikel dari sampel akan semakin meningkat pula.

4.5. Analisa Hasil BET



Gambar 4.11. Kurva adsorpsi-desorpsi nitrogen sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C

Hasil pengujian adsorpsi-desorpsi nitrogen dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C ditunjukkan pada gambar 4.11. Hasil pengujian menghasilkan nilai luas permukaan, volume pori serta diameter pori. Didapatkan luas permukaan sebesar $1065 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$, serta volume pori sebesar $5,137 \text{ cm}^3.\text{g}^{-1}$ yang menurut Eng-Poh (2013) memiliki luas permukaan yang tinggi (di atas $500 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$) serta volume pori yang tinggi (di atas $0,60 \text{ cm}^3.\text{g}^{-1}$). Hasil uji BET juga menunjukkan ukuran diameter pori sebesar 19,29 nm, dimana ukuran diameter pori tersebut masuk kedalam klasifikasi mesopori (diantara 2-50 nm).

Sintesa nanopartikel silika mesopori dapat dilakukan dengan menggunakan bahan dasar limbah sekam padi dengan



metode sol gel dilanjutkan perlakuan hidrotermal pada temperatur 85 °C

BAB V

KESIMPULAN

V.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Ekstraksi Silika (SiO_2) berhasil dilakukan dengan menggunakan metode *acid-leaching* dan sol-gel dengan bahan dasar sekam padi serta sintesa nanopartikel silika mesopori dengan penambahan surfaktan CTAB dan metode hidrotermal berhasil dilakukan. Silika hasil ekstraksi mempunyai struktur kristal amorfus. Hasil sintesa pada kelima variasi temperatur memiliki ukuran kristal berkisar antara 6,27 nm hingga 40,34 nm serta memiliki ukuran partikel dengan skala nano berkisar antara 69,69 nm hingga 84,42 nm, dan telah diketahui hasil sintesa dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C memiliki pori dengan klasifikasi mesopori, yakni 19,29 nm.
2. Peningkatan temperatur hidrotermal tidak menghasilkan perubahan struktur kristal namun dapat meningkatkan ukuran kristal serta ukuran partikel.

V.2. Saran

Dari pembahasan dan kesimpulan yang telah di dapatkan, maka penulis merekomendasikan beberapa hal sebagai berikut:

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai sintesa nanopartikel silika mesopori dengan variasi waktu hidrotermal, surfaktan serta pH sintesa.



(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Alfaruqi, M. Hilmy. 2008. **Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrutermal terhadap Kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15**. Jakarta : Universitas Indonesia
- Barrabino, Albert. 2011. **Synthesis of Mesoporous Silica Particles with Control of Both Pore Diameter and Particle Size**. Göteborg : Chalmers University of Technology.
- Beck, J.S., Vartuli, J. C., Roth, W.J., Leonowicz, M. E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, C. T. W., Olson, D. H., Sheppard, E. W., McCullen, S. B., Higgins, J. B., Schlenker, J. L. 1992. "A New Family Of Mesoporous Molecular Sieves Prepared With Liquid Crystal Templates". **J. Am. Chem. Soc.** 114, 10834-10843
- Ciesla, Ulrike., Schuth, Ferdi. 1999. "Ordered Mesoporous Materials". **Microporous and Mesoporous Materials** 27,131-149
- Ghosh, Rajesh. Bhattacharjee, Sounak. 2013. "A Review Study on Precipitated Silica and Activated Carbon from Rice Husk". **Chemical Engineering & Process Technology** 4:4
- Hui, K.N., Lee, J. Y., Guo, W., Hui, K.S. 2010. "Production of MCM-41 from Rice Husk". **18th International Conference on Composite Materials**. 1-6
- Johansson, Emma. 2010. **Controlling the Pore Size and Morphology of Mesoporous Silica**. Sweden : Linköping University.
- Kresge, C.T., Leonowicz, M., Roth, W. J., Vartuli, J. C., Beck, J. S. 1992. "Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid Crystal Template Mechanism". **Nature Publishing Group**. 710-712
- Laudise, R.A. "Growth and Perfection of Crystals". 458-463
- Laudise, R.A. 1987, "Hydrothermal Synthesis of Crystals". **C&EN**. 30-43

- Maurice, Abou Rida. 2014. "Synthesis and Characterization of Amorphous Silica Nanoparticles from Aqueous Silicates Using Cationic Surfactants". **Journal of Metals, Materials and Minerals**. Vol.24 No.1 pp.37-42, 2014
- Mokhonoana, Malose Peter. 2005. **The Synthesis and Study of Some Metal Catalyst Supported on Modified MCM-41**. Johannesburg : University of the Witwatersrand.
- Patil, Ragini., Dongre, Rajendra., Meshram, Jyotsna. 2014. "Preparation of Silica Powder from Rice Husk". **IOSR Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)** 2278-5736, PP 26-29
- Prawingwong, Piyawan. 2011. **Mesoporous Silica Synthesized from Rice Husk Ash and its Grafting with pH – Responsive Poly(Acrylic Acid)**. Bangkok : Thammasat University.
- Sing, K.S.W., Everett, D. H., Haul, R. A. W., Moscou, L., Pierotti, R. A., Rouquerol, J. Siemieniowska, T. 1985. "Reporting Physisorption Data For Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity". **Pure & Appl. Chem.** 57, 603-619
- Siriluk, C., Yuttapong, S. 2005. "Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash". **Asian Symposium Visualization** 6-7:7-7
- Spezzia, G. 1905. **Accad. Sci. Torino Atti**. 40: 254
- Sriyanti, Taslimah. 2005. "Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel". **JKSA** 7:3, 1-10
- Suka, dkk. 2008. "Karakteristik Silika Sekam Padi dari Povinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi". **MIPA**. 37, 47-52
- Suryanta., Kuncaka, Agus. 2011. "Utilization of Rice Husk as Raw Material in Synthesis of Mesoporous Silicates MCM-41". **Indo. J. Chem.** 11:3, 279-284

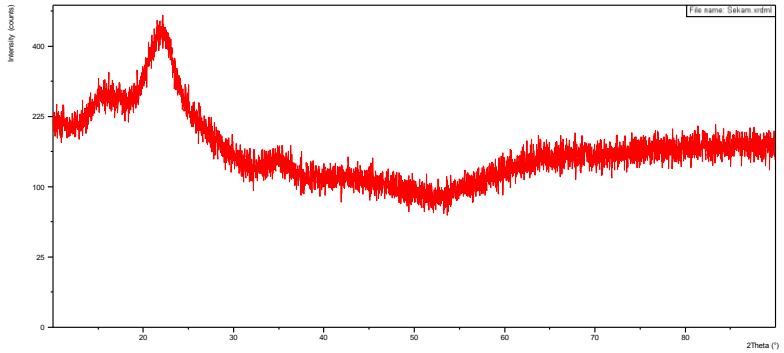
- Trivana, Linda., Sugiarti, Sri., Rohaeti, Eti. 2015. "Sintesis dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na_2SiO_3) dari Sekam Padi". **Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan** 7:2, 66-75
- Umah, S. 2010. **Kajian Penambahan Abu Sekam Padi dari berbagai Suhu Pengabuan Terhadap Plastisitas Kaolin**. Malang : Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim
- Wanyika, dkk. 2011. "Synthesis and Characterization of Ordered Mesoporous Silica Nanoparticles with Tunable Physical Properties Varying Molar Composition of Reagents". **African Journal of Pharmacy and Pharmacology**. 5 : 21, 2402-2410
- Warsito, Sri. 2006. **Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-Ctmabr) pada Sintesis Zeolit Y**. Semarang : Universitas Diponegoro.
- Yu, Qiyu., Hui, Junfeng., Wang, Pengpeng., Xu, Biao., Zhuang, Jing., Wang, Xun. 2012. "Hydrothermal Synthesis Of Mesoporous Silica Spheres: Effect Of The Cooling Process". **Nanoscale** 4, 7114–7120
- Zaumseil, Peter. 2015. "High-resolution characterization of the forbidden Si 200 and Si 222 reflections". **Journal of Applied Crystallography**. 48, 528-532.
- Zhao, Dongyuan., Feng, Jianglin., Huo, Qisheng., Melosh, Nicholas., Fredrickson, Glenn H., Chmelka, Bradley F., Stucky, Galen D. 1998. "Triblock Copolymer Syntheses of Mesoporous Silica with Periodic 50 to 300 Angstrom Pores". **Science** 279, 548-552
- Zhao, L., Steinhart, M., Yosef, M., Lee, S. K., Geppert, T., Pippel, E., Scholz, R., Gösele, U. & Schlecht, S. (2005). **Chem. Mater.** 17, 3–5

(halaman ini sengaja dikosongkan)

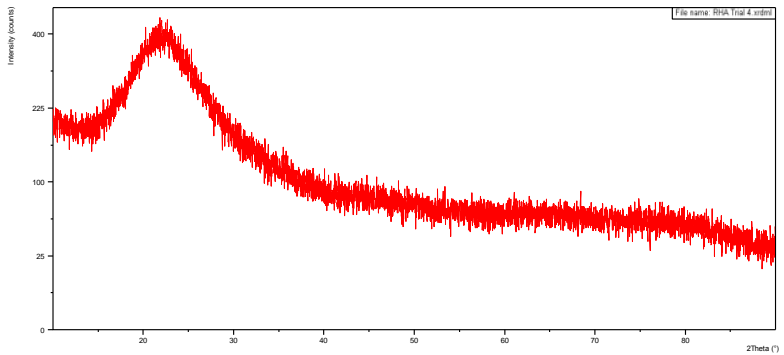
LAMPIRAN

Difraktogram XRD

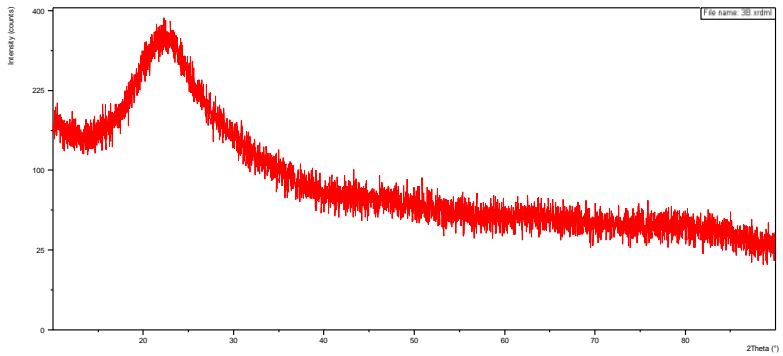
1. Sekam Padi



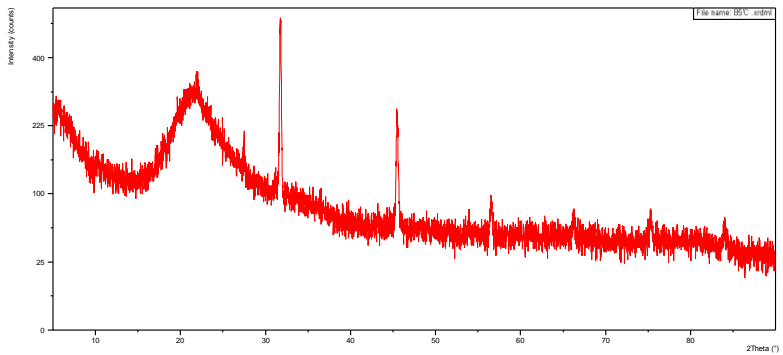
2. Sekam Setelah Leaching HCl dan Kalsinasi 600°C



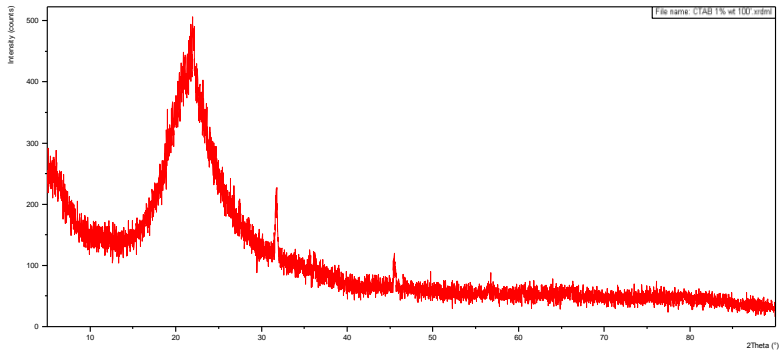
3. SiO₂ Hasil Ekstraksi



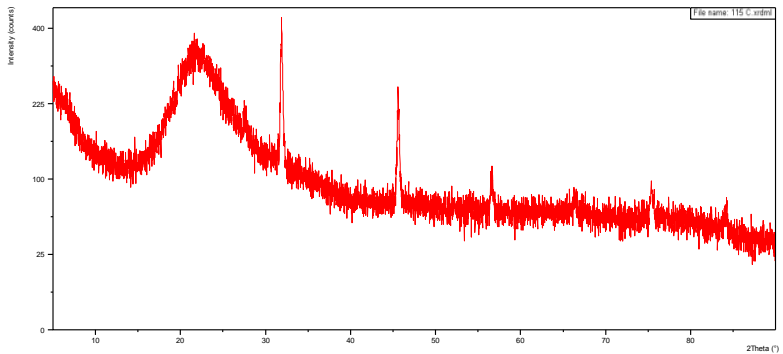
4. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 85°C



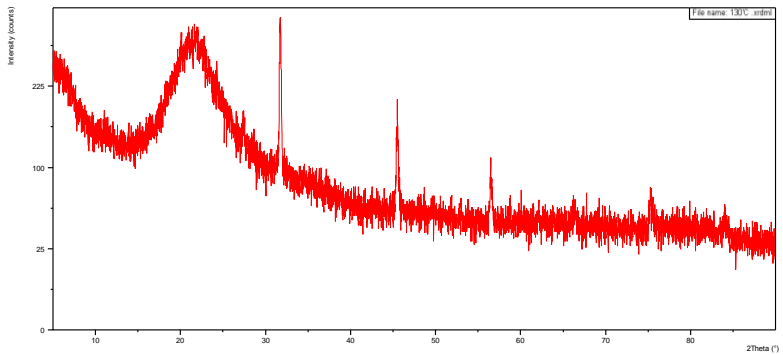
5. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 100°C



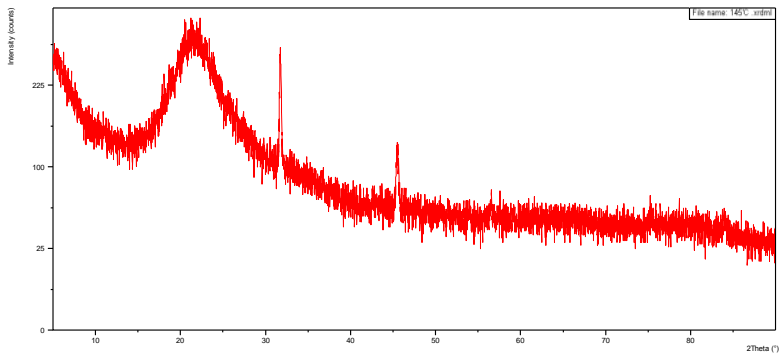
6. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 115°C



7. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 130°C



8. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 145°C



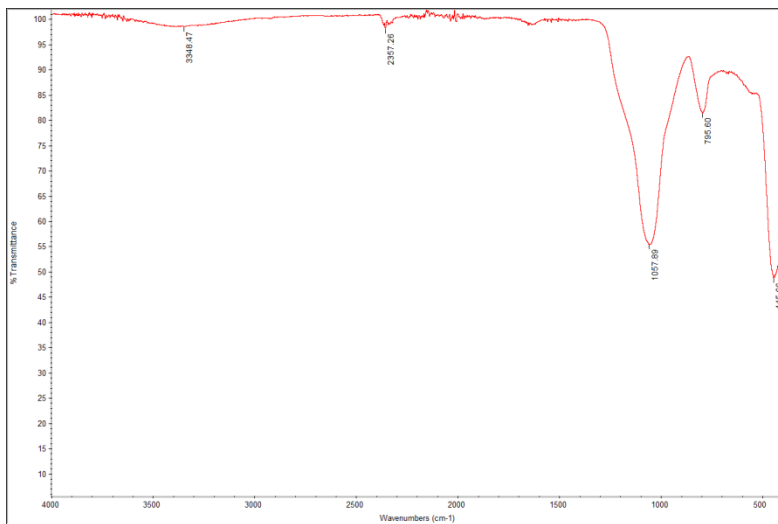
Indeks Miller dari Sampel Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal

| Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 85°C | | | |
|--|-------------------|---------------|-------|
| Pos. [°2Th.] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | h k l |
| 21,9095 | 0,4015 | 4,05684 | 1 0 0 |
| 31,7738 | 0,0612 | 2,82098 | |
| 45,4592 | 0,2448 | 1,99362 | |
| 56,4949 | 0,2448 | 1,62757 | |
| Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 100°C | | | |

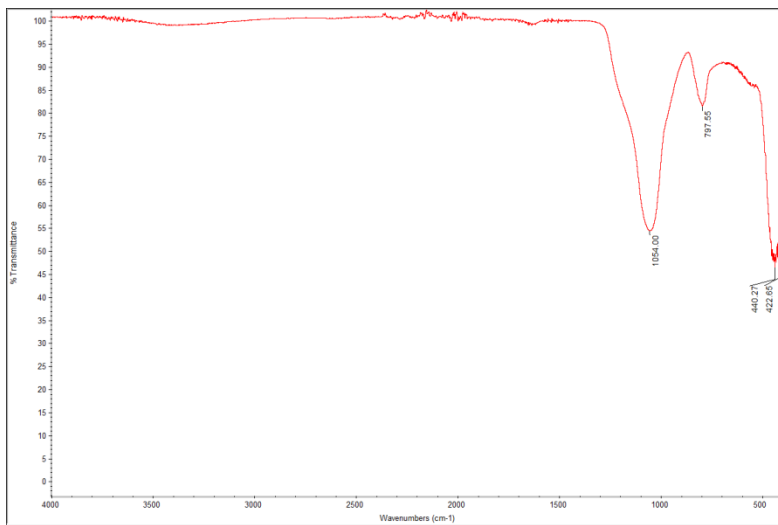
| Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] | FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing [\AA] | h k l |
|---|------------------------------|----------------------------|-------|
| 22,0168 | 0,2007 | 4,03731 | 1 0 0 |
| 31,7592 | 0,2342 | 2,81758 | |
| 36,1245 | 0,2676 | 2,48649 | |
| 45,4289 | 0,2007 | 1,99653 | |
| Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 115 $^{\circ}$ C | | | |
| Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] | FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing [\AA] | h k l |
| 21,4882 | 0,0900 | 4,13201 | 1 0 0 |
| 31,8818 | 0,0669 | 2,80702 | |
| 45,5898 | 0,2342 | 1,98986 | |
| 56,5548 | 0,3346 | 1,62734 | |
| Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 130 $^{\circ}$ C | | | |
| Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] | FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing [\AA] | h k l |
| 20,0267 | 0,4015 | 4,43380 | 1 0 0 |
| 31,6881 | 0,1506 | 2,82374 | |
| 45,4916 | 0,0612 | 1,99227 | |
| 56,4521 | 0,1673 | 1,63005 | |
| Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 145 $^{\circ}$ C | | | |
| Pos. [$^{\circ}$ 2Th.] | FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing [\AA] | h k l |
| 21,4882 | 0,0900 | 4,20399 | 1 0 0 |
| 31,7026 | 0,0669 | 2,82248 | |
| 45,4818 | 0,3011 | 1,99422 | |
| 56,5319 | 0,4015 | 1,62794 | |

Grafik FTIR

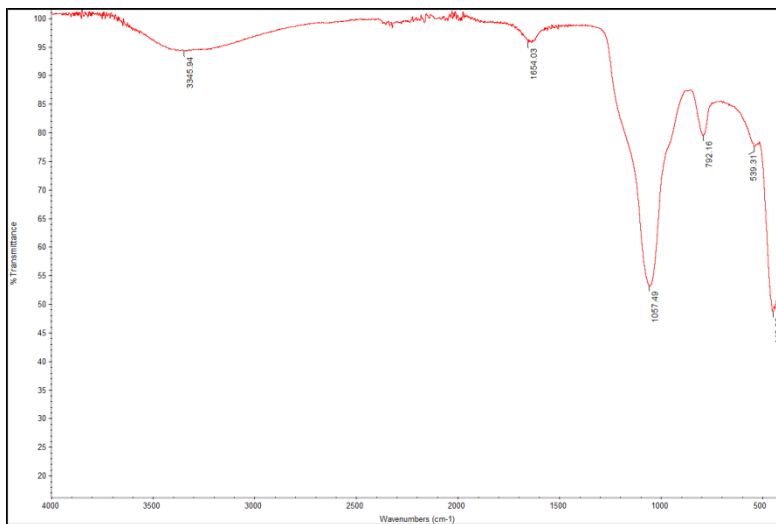
1. Sekam Padi



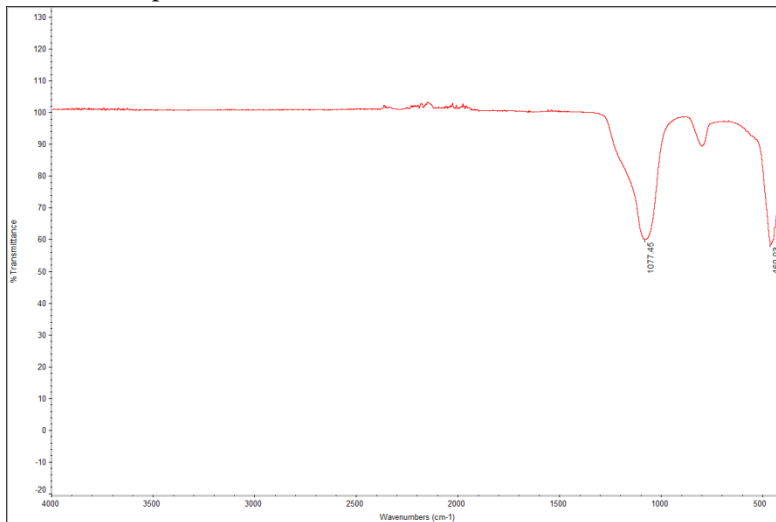
2. Abu Sekam Padi



3. Silika Hasil Ekstraksi



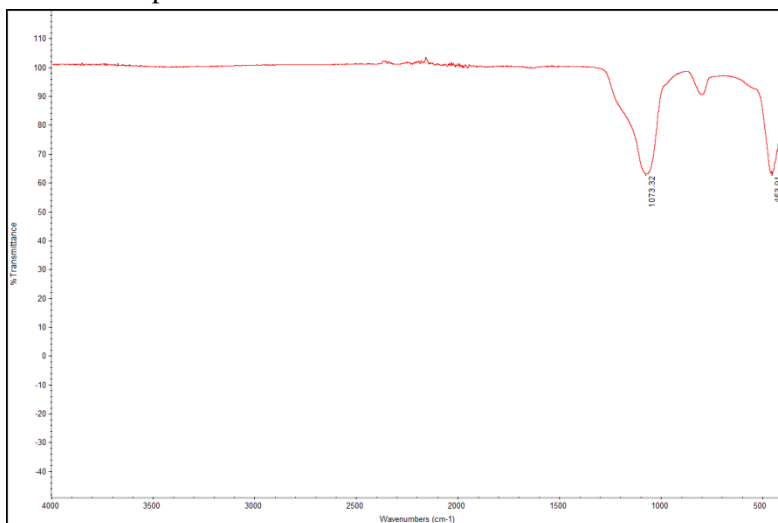
4. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 85°C



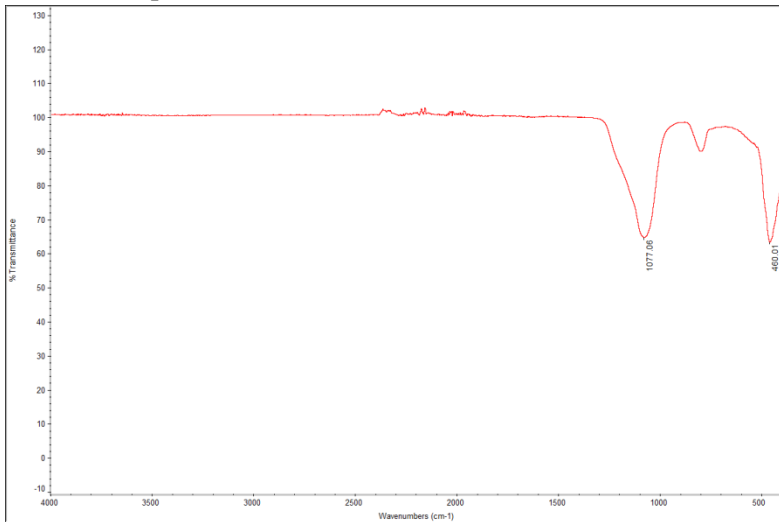
5. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 100°C



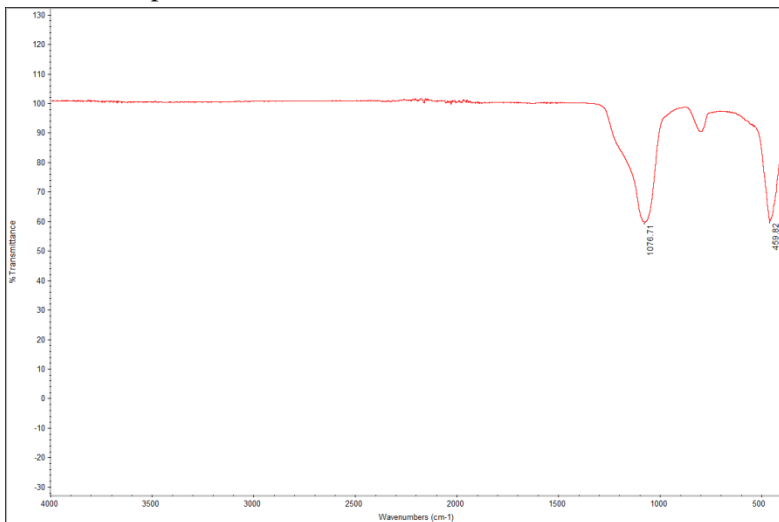
6. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 115°C



7. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 130°C



8. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 145°C



PDF Card #7631-86-9

Silicon Dioxide (Quartz-low), α -SiO₂

Synonyms

Silicon dioxide

CAS registry no.

7631-86-9

Sample

The sample was obtained from the Glass Section at NBS. The material was ground single crystals of optical quality.

Color

Colorless

Structure

Hexagonal, P3₁21 (152), Z = 3, Bragg and Gibbs [1925]. Iwai et al. [1969] and Smith and Alexander [1963] refined the structure. Thermal effects have also been studied by these authors.

Lattice constants of this sample

a = 4.9133(2) Å

c = 5.4053(4) Å

c/a = 1.1001

Volume

113.00 Å³

Density

(calculated) 2.649 g/cm³

Polymorphism

Silicon oxide, SiO₂, crystallizes in many other polymorphic forms.

Figure of merit

F₈₀ = 77.6(0.013,31)

Reference intensity

I/I_{corundum} = 4.32(3)

Additional pattern

PDF card 5-490 [Swanson et al., 1954], pattern redone to reflect improved techniques for measuring intensities. Citation to many additional patterns is made in the above reference.

References

Bragg, W. H. and Gibbs, R. E. (1925). Proc. Roy. Soc. London A109, 405.

Iwai, et al. (1969). Yogyo Kyokai Shi (J. Ceram. Assoc. Japan) 77, 172.

Smith, G. S. and Alexander, L. (1963). Acta Crystallogr. 16, 462.

Swanson, H. S., Fuyat, R. K., and Ugrinic, G. M. (1954). Natl. Bur. Stand. U.S. Circ. 539, 2, 24.

| CuK α , λ = 1.540598 Å; temp. 25 \pm 1 °C Internal standard Si, a = 5.43088 Å | | | |
|---|-----|-------|----------------|
| d(Å) | rel | hkl | 2 θ (°) |
| $\sigma = \pm 1$ | | | |
| 4.257 | 22 | 1 0 0 | 20.85 |
| 3.342 | 100 | 1 0 1 | 26.65 |
| 2.457 | 8 | 1 1 0 | 36.54 |
| 2.282 | 8 | 1 0 2 | 39.46 |
| 2.237 | 4 | 1 1 1 | 40.29 |
| 2.127 | 6 | 2 0 0 | 42.47 |
| 1.9792 | 4 | 2 0 1 | 45.81 |
| 1.8179 | 14 | 1 1 2 | 50.14 |
| 1.8021 | 11 | 0 0 3 | 50.61 |
| 1.6719 | 4 | 2 0 2 | 54.87 |
| 1.6591 | 2 | 1 0 3 | 55.33 |
| 1.6082 | 1L | 2 1 0 | 57.24 |
| 1.5418 | 9 | 2 1 1 | 59.95 |
| 1.4536 | 1 | 1 1 3 | 64.00 |
| 1.4189 | 1L | 3 0 0 | 65.76 |
| 1.3820 | 6 | 2 1 2 | 67.75 |
| 1.3752 | 7 | 2 0 3 | 68.13 |
| 1.3718 | 8 | 3 0 1 | 68.32 |
| 1.2880 | 2 | 1 0 4 | 73.46 |
| 1.2558 | 2 | 3 0 2 | 75.67 |
| 1.2285 | 1 | 2 2 0 | 77.66 |
| 1.1999 | 2 | 2 1 3 | 79.88 |
| 1.1978 | 1 | 2 2 1 | 80.05 |
| 1.1843 | 3 | 1 1 4 | 81.15 |
| 1.1804 | 3 | 3 1 0 | 81.47 |
| 1.1532 | 1 | 3 1 1 | 83.82 |
| 1.1405 | 1L | 2 0 4 | 84.97 |
| 1.1143 | 1L | 3 0 3 | 87.46 |
| 1.0813 | 2 | 3 1 2 | 90.86 |
| 1.0635 | 1L | 4 0 0 | 92.82 |
| 1.0476 | 1 | 3 0 5 | 94.66 |
| 1.0438 | 1L | 4 0 1 | 95.12 |
| 1.0347 | 1L | 2 1 4 | 96.22 |
| 1.0150 | 1 | 2 2 3 | 98.74 |
| .9898 | 1 | 4 0 2 | 102.20 |
| .9873 | 1 | 3 1 3 | 102.56 |
| .9783 | 1L | 3 0 4 | 103.88 |
| .9762 | 1 | 3 2 0 | 104.20 |
| .9636 | 1L | 2 0 5 | 106.14 |
| .9607 | 1 | 3 2 1 | 106.61 |
| .9284 | 1L | 4 1 0 | 112.13 |
| .9181 | 1L | 3 2 2 | 114.08 |
| .9161 | 1 | 4 0 3 | 114.46 |
| .9151 | 1L | 4 1 1 | 114.66 |
| .9089 | 1L | 2 2 4 | 115.89 |

ICDD #00-013-0458

Name and formula

| | |
|--------------------|--|
| Reference code: | 00-013-0458 |
| Mineral name: | Maghemite-Q, syn |
| Compound name: | Iron Oxide |
| Common name: | γ -Fe ₂ O ₃ |
| Empirical formula: | Fe ₂ O ₃ |
| Chemical formula: | Fe ₂ O ₃ |

Crystallographic parameters

| | |
|--|------------|
| Crystal system: | Tetragonal |
| Space group: | PE |
| a (Å): | 8.3380 |
| b (Å): | 8.3380 |
| c (Å): | 25.0100 |
| Alpha (°): | 90.0000 |
| Beta (°): | 90.0000 |
| Gamma (°): | 90.0000 |
| Volume of cell (10 ⁶ pm ³): | 1738.75 |
| Z: | 32.00 |
| RIR: | - |

Status, subfiles and quality

| | |
|-----------|--|
| Status: | Marked as deleted by ICDD |
| Subfiles: | Alloy, metal or intermetallic Excipient Inorganic Mineral Pharmaceutical |
| Quality: | Indexed (I) |

Comments

| | |
|----------------|----------|
| Creation Date: | 1/1/1970 |
|----------------|----------|

Modification Date:
Deleted Or Rejected By:
Sample Source or Locality:

1/11/2011
Deleted by 00-015-0615
Specimen prepared from á-"Fe2 O3" by
dry method.

References

Primary reference:
Unit cell:

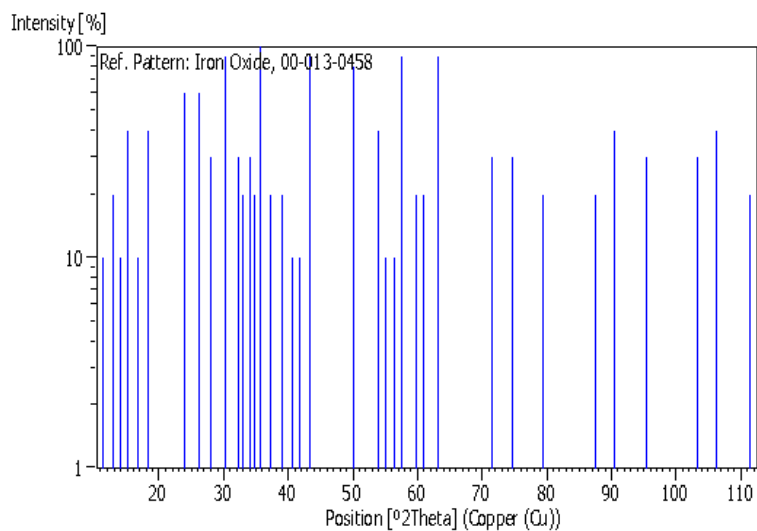
Dasgupta., *Geol. Survey Calcutta, India*
Bernal. et al., *Clay Miner. Bull.*, **4**, 15,
(1959)

Peak list

| No. | h | k | l | d [Å] | 2Theta[deg] | I [%] |
|-----|---|---|----|---------|-------------|-------|
| 1 | 1 | 0 | 1 | 7.91000 | 11.177 | 10.0 |
| 2 | 1 | 0 | 2 | 6.93400 | 12.756 | 20.0 |
| 3 | 0 | 0 | 4 | 6.32800 | 13.984 | 10.0 |
| 4 | 1 | 0 | 3 | 5.88700 | 15.037 | 40.0 |
| 5 | 1 | 1 | 2 | 5.32600 | 16.632 | 10.0 |
| 6 | 1 | 1 | 3 | 4.81000 | 18.431 | 40.0 |
| 7 | 1 | 0 | 6 | 3.72100 | 23.895 | 60.0 |
| 8 | 1 | 1 | 6 | 3.39800 | 26.205 | 60.0 |
| 9 | 2 | 0 | 5 | 3.19800 | 27.876 | 30.0 |
| 10 | 2 | 0 | 6 | 2.94400 | 30.336 | 90.0 |
| 11 | 0 | 0 | 9 | 2.77600 | 32.220 | 30.0 |
| 12 | 2 | 0 | 7 | 2.70800 | 33.052 | 20.0 |
| 13 | 1 | 0 | 9 | 2.63400 | 34.009 | 30.0 |
| 14 | 2 | 1 | 7 | 2.57800 | 34.771 | 20.0 |
| 15 | 1 | 1 | 9 | 2.51000 | 35.744 | 100.0 |
| 16 | 2 | 2 | 6 | 2.40400 | 37.377 | 20.0 |
| 17 | 2 | 0 | 9 | 2.30900 | 38.976 | 20.0 |
| 18 | 2 | 1 | 9 | 2.22400 | 40.529 | 10.0 |
| 19 | 3 | 2 | 4 | 2.16700 | 41.644 | 10.0 |
| 20 | 0 | 0 | 12 | 2.08200 | 43.429 | 90.0 |
| 21 | 2 | 1 | 12 | 1.81800 | 50.138 | 80.0 |
| 22 | 4 | 1 | 8 | 1.69900 | 53.922 | 40.0 |
| 23 | 5 | 0 | 1 | 1.66500 | 55.116 | 10.0 |
| 24 | 5 | 1 | 1 | 1.63300 | 56.291 | 10.0 |
| 25 | 4 | 2 | 8 | 1.60200 | 57.480 | 90.0 |
| 26 | 5 | 2 | 1 | 1.54600 | 59.769 | 20.0 |
| 27 | 2 | 1 | 15 | 1.52000 | 60.899 | 20.0 |
| 28 | 4 | 4 | 1 | 1.47200 | 63.108 | 90.0 |
| 29 | 6 | 2 | 1 | 1.31700 | 71.590 | 30.0 |
| 30 | 3 | 3 | 15 | 1.27100 | 74.610 | 30.0 |
| 31 | 6 | 3 | 5 | 1.20700 | 79.315 | 20.0 |
| 32 | 4 | 2 | 18 | 1.11400 | 87.494 | 20.0 |
| 33 | 3 | 1 | 21 | 1.08530 | 90.430 | 40.0 |
| 34 | 0 | 0 | 24 | 1.04190 | 95.347 | 30.0 |
| 35 | 2 | 2 | 24 | 0.98240 | 103.275 | 30.0 |

| | | | |
|----|---------|---------|------|
| 36 | 0.96270 | 106.288 | 40.0 |
| 37 | 0.93210 | 111.464 | 20.0 |

Stick Pattern



ICDD #00-005-0628

Name and formula

| | |
|--------------------|-----------------|
| Reference code: | 00-005-0628 |
| Mineral name: | Halite, syn |
| Compound name: | Sodium Chloride |
| Empirical formula: | ClNa |
| Chemical formula: | NaCl |

Crystallographic parameters

| | |
|--|---------|
| Crystal system: | Cubic |
| Space group: | Fm-3m |
| Space group number: | 225 |
| a (Å): | 5.6402 |
| b (Å): | 5.6402 |
| c (Å): | 5.6402 |
| Alpha (°): | 90.0000 |
| Beta (°): | 90.0000 |
| Gamma (°): | 90.0000 |
| Calculated density (g/cm ³): | 2.16 |
| Measured density (g/cm ³): | 2.17 |
| Volume of cell (10 ⁶ pm ³): | 179.43 |
| Z: | 4.00 |
| RIR: | 4.40 |

Subfiles and quality

| | |
|-----------|---|
| Subfiles: | Common Phase Educational pattern Excipient Forensic Inorganic Mineral NBS pattern Pharmaceutical |
| Quality: | Star (S) |

Comments

Color: Colorless
Creation Date: 1/1/1970
Modification Date: 1/11/2011
Additional Patterns: See PDF 01-072-1668
Color: Colorless
General Comments: An ACS reagent grade sample
recrystallized twice from hydrochloric
acid
Melting Point: 1077 K
Temperature of Data Collection: Pattern taken at 299 K
Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

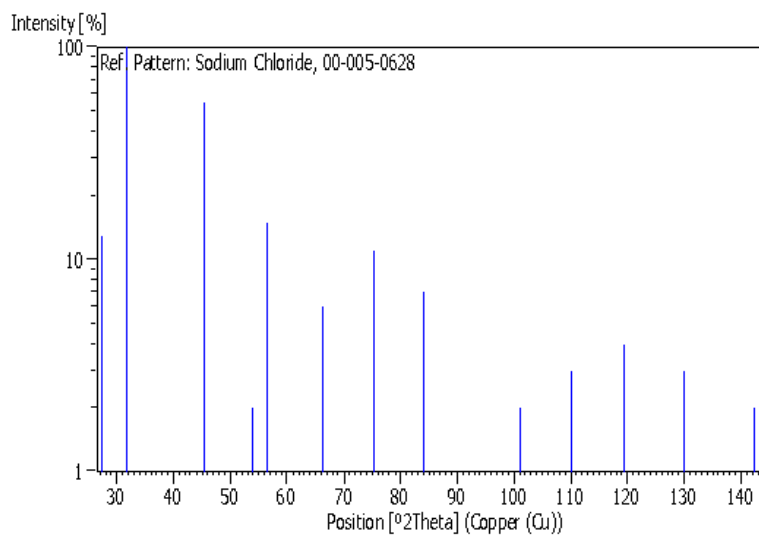
References

Primary reference: Swanson, Fuyat., *Natl. Bur. Stand.*
(*U. S.*), *Circ. 539*, **II**, 41, (1953)
Optical data: *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed.*,
II, 4

Peak list

| No. | h | k | l | d [Å] | 2Theta[deg] | I [%] |
|-----|---|---|---|---------|-------------|-------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 3.26000 | 27.335 | 13.0 |
| 2 | 2 | 0 | 0 | 2.82100 | 31.693 | 100.0 |
| 3 | 2 | 2 | 0 | 1.99400 | 45.450 | 55.0 |
| 4 | 3 | 1 | 1 | 1.70100 | 53.854 | 2.0 |
| 5 | 2 | 2 | 2 | 1.62800 | 56.479 | 15.0 |
| 6 | 4 | 0 | 0 | 1.41000 | 66.229 | 6.0 |
| 7 | 3 | 3 | 1 | 1.29400 | 73.066 | 1.0 |
| 8 | 4 | 2 | 0 | 1.26100 | 75.304 | 11.0 |
| 9 | 4 | 2 | 2 | 1.15150 | 83.973 | 7.0 |
| 10 | 5 | 1 | 1 | 1.08550 | 90.409 | 1.0 |
| 11 | 4 | 4 | 0 | 0.99690 | 101.193 | 2.0 |
| 12 | 5 | 3 | 1 | 0.95330 | 107.809 | 1.0 |
| 13 | 6 | 0 | 0 | 0.94010 | 110.046 | 3.0 |
| 14 | 6 | 2 | 0 | 0.89170 | 119.505 | 4.0 |
| 15 | 5 | 3 | 3 | 0.86010 | 127.170 | 1.0 |
| 16 | 6 | 2 | 2 | 0.85030 | 129.894 | 3.0 |
| 17 | 4 | 4 | 4 | 0.81410 | 142.240 | 2.0 |

Stick Pattern



Hasil Uji BET

1. Mesoporus Silika Nanopartikel dengan Variasi Temperatur Perlakuan Hidrotermal 85°C

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0

Quantachrome
INSTRUMENTS

Optimizing particle performance

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

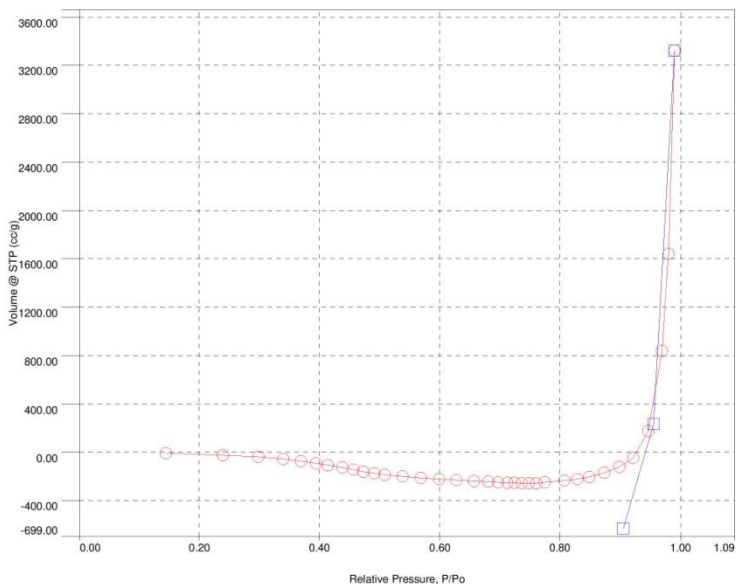
| | | | | |
|----------------------------------|--|--|--|---|
| Analysis | | Date: 2017/07/06 | Report Operator: | Date: 7/10/2017 |
| Operator: ANGUNG | | Filename: | Operator: | |
| Sample ID: ANGUNG | Sample Desc: MNSP 1% 85 BRr | Comment: | Sample Volume: 0 cc | |
| Sample weight: 0.244 g | Outgas Time: 3.0 hrs | Bath Temp: 77.3 K | Outgas Temp: 300.0 C | Equil timeout: 240/240 sec (ads/des) |
| Analysis gas: Nitrogen | Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des) | Equil time: 90/90 sec (ads/des) | End of run: 2017/07/06 11:33:47 | Instrument: Nova Station A |
| Analysis Time: 1560.2 min | Cell ID: 91 | | | F/W version: 0.00 |

Isotherm * Linear

| Adsorbate | | Data Reduction Parameters | |
|-----------|----------------------|----------------------------|-----------|
| Nitrogen | Molec. Wt.: 28.013 g | Temperature | 77.350K |
| | | Cross Section: | 16.200 Å² |
| | | Liquid Density: 0.808 g/cc | |

Ar₂

De₂



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction for NOVA Instruments ©1994-2010, Quantachrome Instruments version 11.0

Report id:[580459966:20170710 104133495] Page 1 of 1

*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

| | | | |
|---|-------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| Analysis | Date: 2017/07/06 | Report | Date: 7/10/2017 |
| Operator:] | Filename: | Operator:] | |
| Sample ID: ANGGUN | Comment: | C:\QCdata\Physisorb\20170705_01 | MNSP 1% 85 BRr.qps |
| Sample Desc: MNSP 1% 85 BRr | Sample Volume: | 0 cc | |
| Sample weight: 0.244 g | OutgasTemp: | 300.0 C | |
| Outgas Time: 3.0 hrs | Bath Temp: | 77.3 K | |
| Analysis gas: Nitrogen | Equil time: | 90/90 sec (ads/des) | Equil timeout: 240/240 sec (ads/des) |
| Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des) | End of run: | 2017/07/06 11:33:47 | Instrument: Nova Station A |
| Analysis Time: 1560.2 min | | | F/W version: 0.00 |
| Cell ID: 91 | | | |

Area-Volume Summary

Data Reduction Parameters Data

| | | | | |
|------------------|----------------------|----------------|-----------|----------------------------|
| <u>Adsorbate</u> | Nitrogen | Temperature | 77.350K | |
| | Molec. Wt.: 28.013 g | Cross Section: | 16.200 Å² | Liquid Density: 0.808 g/cc |

Surface Area Data

| | |
|--|----------------|
| MultiPoint BET..... | 1.065e+03 m²/g |
| BJH method cumulative adsorption surface area..... | 3.286e+02 m²/g |
| BJH method cumulative desorption surface area..... | 3.515e+02 m²/g |
| DH method cumulative adsorption surface area..... | 3.302e+02 m²/g |
| DH method cumulative desorption surface area..... | 3.556e+02 m²/g |

Pore Volume Data

| | |
|--|----------------|
| Total pore volume for pores with Radius less than 993.31 Å at P/Po = 0.990253..... | 5.137e+00 cc/g |
| BJH method cumulative adsorption pore volume..... | 5.845e+00 cc/g |
| BJH method cumulative desorption pore volume..... | 6.580e+00 cc/g |
| DH method cumulative adsorption pore volume..... | 5.645e+00 cc/g |
| DH method cumulative desorption pore volume..... | 6.384e+00 cc/g |
| HK method cumulative pore volume..... | 5.791e-03 cc/g |

Pore Size Data

| | |
|---|-------------|
| Average pore Radius..... | 9.645e+01 Å |
| BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r))..... | 2.601e+02 Å |
| BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r))..... | 1.659e+02 Å |
| DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r))..... | 2.601e+02 Å |
| DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r))..... | 1.659e+02 Å |
| HK method pore Radius (Mode)..... | 1.562e+00 Å |
| SF method pore Radius (Mode)..... | 1.213e+01 Å |

Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak terkait dalam pengerjaan Tugas Akhir ini:

1. Teman-teman terdekat, Anggun Nurhayati, Ni Komang Alit Juliani, Muhammad Reza, Meilati Pasca Muna, Ratna Hermastuti, Cahyaningtyas Ratnaningrum, Qory Maghfiroh, Ihsan Maula, Muhammad Farisi, yang tidak henti memberikan semangat selama pengerjaan Tugas Akhir.
2. Teman-teman U23, Inggil Hanidya, Fadhil Anggoro, Ahmad Setyo, dan Haidar.
3. Teman-teman Laboratorium Kimia Material serta mbak Yeny Widya Rachmawati.
4. Teman-teman MT15.
5. Teman-teman Teknik Material dan Metalurgi angkatan 2013.
6. Serta pihak-pihak lain yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Laporan ini masih sangat jauh dari sempurna. Oleh karena itu, sangat diperlukan kritik dan saran yang dapat menyempurnakan laporan untuk ke depannya.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Siti Annisaa Bani Purwana yang lahir di Jakarta, 9 April 1996. Penulis tinggal di kota Hujan, lebih tepatnya di Komplek Kedung Badak Baru, Jl. Mulia no. 11 RT001/RW006, Bogor. Riwayat pendidikan penulis adalah TK Al Munnawar Bogor (lulus 2002), SD Islam Al Azhar 27 Cibinong-Bogor (lulus 2008), SMP Negeri 2 Bogor (lulus 2011), SMA Negeri 3 Bogor (lulus 2013), kemudian menempuh pendidikan

S1 di Departemen Teknik Material FTI-ITS.

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif di organisasi kampus sebagai Staf BSO Minat Bakat HMMT FTI-ITS pada periode 2014-2015 serta sebagai Sekertaris Umum BSO Minat Bakat HMMT FTI-ITS pada periode 2015-2016. Selain itu, penulis juga aktif pada organisasi ekstra kampus sebagai Wakil Bendahara Umum HMI Komisariat Mesin Korkom Sepuluh Nopember pada periode 2014-2015 serta sebagai Bendahara Umum HMI Komisariat Mesin Korkom Sepuluh Nopember pada periode 2015-2016.

Kontak penulis yang dapat dihubungi adalah nomor telepon 084883352411 serta alamat email sitiannisaa@gmail.com.